Declassified in Part - Sanitized Copy Approved for Release @ 50-Yr 2013/09/12 : CIA-RDP81-01043R002300240007-9

50X1-HUM

Page Denied

Next 3 Page(s) In Document Denied

Declassified in Part - Sanitized Copy Approved for Release @ 50-Yr 2013/09/12 : CIA-RDP81-01043R002300240007-9

Declassified in Part - Sanitized Copy Approved for Release @ 50-Yr 2013/09/12 :
CIA-RDP81-01043R002300240007-9

ARBEITSANLEITUNGEN

FÜR DEN ISOTOPENKURS IM INSTITUT FÜR ANGEWANDTE RADIOAKTIVITÄT LEIPZIG

STAT

Declassified in Part - Sanitized Copy Approved for Release @ 50-Yr 2013/09/12 :
CIA-RDP81-01043R002300240007-9

Declassified in Part - Sanitized Copy Approved for Release @ 50-Yr 2013/09/12 : CIA-RDP81-01043R002300240007-9

ARBEITSANLEITUNGEN

FÜR DEN ISOTOPENKURS IM INSTITUT FÜR ANGEWANDTE RADIOAKTIVITÄT LEIPZIG

von

Dozent Dr.-Ing. habil. LIESELOTT HERFORTH

und

Dr. rer. nat. HARTWIG KOCH

unter Mitarbeit von

Dr. M. Leistner, H. K. Bothe, S. Kulpe und R. Otto

1957

VEB DEUTSCHER VERLAG DER WISSENSCHAFTEN

BERLIN

Declassified in Part - Sanitized Copy Approved for Release @ 50-Yr 2013/09/12 : CIA-RDP81-01043R002300240007-9

Declassified in Part - Sanitized Copy Approved for Release @ 50-Yr 2013/09/12 : CIA-RDP81-01043R002300240007-9

Als Manuskript gedruckt

Lizenz-Nr 206 · 435/154/57

Herstellung durch den
VEB Deutscher Verlag der Wissenschaften, Berlin W 8, Niederwallstraße 39

Druck: VEB Reprocolor Werk III, Leipzig (III/18/6)

V o r w o r t

Die in knapper Form abgefassten Anleitungen sollen die Kursteilnehmer sowie die Praktikumsassistenten bei ihrer Arbeit unterstützen. Auf zusätzliches Literaturstudium sowie auf Erklärungen des Assistenten kann nicht verzichtet werden. Die Arbeitsordnung wird den Teilnehmern bei Kursbeginn ausgehändigt.

Wir beabsichtigen durch unsere Kurse, einen Einblick in die radiophysikalische Messmethodik sowie in die radiochemischen Arbeitsmethoden zu vermitteln. Die von uns geforderten Versuchsprotokolle und -Ausarbeitungen werden den Teilnehmern für ihre späteren Arbeiten nützlich sein.

Das Praktikum, wie es zur Zeit an unserem Institut durchgeführt werden kann, wird von uns laufend verbessert und durch weitere Aufgaben ergänzt. Zunächst mussten wir uns bei der Auswahl unserer Aufgaben von den räumlichen Gegebenheiten sowie den z. Zt. zur Verfügung stehenden apparativen Hilfsmitteln leiten lassen.

Auch an dieser Stelle möchte ich allen sehr herzlich danken, die dazu beigetragen haben, dass das Praktikum in dieser Form seit September 1956 durchgeführt werden kann.

Den Kursteilnehmern wünschen wir für ihre Arbeit viel Erfolg.

Doz. Dr.-Ing. habil. L. Herforth
- Leiter der Abt. Unterricht
am Institut für angewandte Radioaktivität, Leipzig
im Ministerium für Chemische Industrie -
im Mai 1957

Declassified in Part - Sanitized Copy Approved for Release @ 50-Yr 2013/09/12 : CIA-RDP81-01043R002300240007-9

Declassified in Part - Sanitized Copy Approved for Release @ 50-Yr 2013/09/12 : CIA-RDP81-01043R002300240007-9

Inhaltsverzeichnis

P-Versuche (im Physiklabor)

P- 1: Grundmessungen am GEIGER-MÜLLER-Zählrohr I (Charakteristik, Zählrate, Statistik, Totzeit nach STEVER) 7

P- 2: Grundmessungen am GEIGER-MÜLLER-Zählrohr II (2 weitere Methoden der Totzeitbestimmung und Längsempfindlichkeit eines GEIGER-MÜLLER-Zählrohres) 18

P- 3: Dosimetrie von Gammastrahlung mit Taschen-Kondensatorkammern 23

P- 4: Photographische Dosimetrie von Gammastrahlung 28

P- 5: Absorption von Gammastrahlung (Halbwertsdicken und Massenabsorptionskoeffizienten, Energiebestimmung der Gammastrahlung) 32

P- 6: Bestimmung von Füllstandshöhen durch Gammastrahlmessungen mit Kobalt-60 37

P- 7: Messung dicker Schichten (Absorptionsmessungen mit Co^{60}) 40

P- 8: Messung von Strömungsgeschwindigkeiten 42

P- 9: Relative Aktivitätsbestimmung von ß-Strahlern mit dem Glockenzählrohr 45

P-10: Absolute Aktivitätsbestimmung mit definierter Geometrie am Glockenzählrohr 53

P-11: Absolute Aktivitätsbestimmung nach der Koinzidenzmethode 57

P-12: Absolute Aktivitätsbestimmung mit dem 4π-Zählrohr 65

P-13: Bestimmung von Dysprosium in Holmiumoxyd mit Hilfe der Aktivierungsanalyse (Neutronenfluss, Absolutmethode, Vergleichsmethode, Halbwertzeiten) 69

P-14: Der Szintillationszähler (Empfindlichkeit, thermischer Rauscheffekt, Spannungscharakteristik, Szintillatoren für Alpha-, Beta- und Gammastrahlung 79

P-15: Alphastrahlmessungen mit dem Szintillationszähler (ZnS-Ag-Leuchtschirme, Absorption in Zapon-lack, Reichweite in Luft) 88

P-16: Alphastrahlmessungen mit dem Funkenzähler (Charakteristik, Zählrate, Statistik) 94

P-17: Betastrahlmessungen mit der Aluminium-Ionisationskammer 97

P-18: Gammastrahlmessungen mit der Blei-Ionisationskammer 105

P-19: Verseuchungsmessungen 111

P-20: 6 Aufgaben aus dem Gebiet der Elektronik 113

P- X: Zur Zeit in Vorbereitung befindliche Versuche 114

C-Versuche (im Chemielabor)

C- 1: Hydrophobierung von Glasgeräten 115

C- 2: Radiometrische Thalliumbestimmung 118

C- 3: Bestimmung der Löslichkeit von $MgNH_4PO_4$ 122

C- 4: Radiometrische Kaliumbestimmung 128

C- 5: Radiometrische Volumen- und Konzentrationsbestimmung 132

C- 6: Cäsium-137/Barium-137 Trennung (Abfallskurve, Halbwertzeit, "over-all-correction-factors") 137

C- 7: Abtrennung von UX_2 (Pa-234) aus Uran 143

C- 8: Trägerfreie Abtrennung von UX_1 (Th^{234}) aus Uranylnitrat 147

C- 9: Trennung des Yttrium-90 vom Strontium-90 mit Ionenaustauschern 152

C-10: Silberschnellanalyse durch Neutronenaktivierung 157

C-11: Abtrennung von Radiojod aus bestrahltem Äthyljodid (SZILARD-CHALMERS-Effekt) 161

Declassified in Part - Sanitized Copy Approved for Release @ 50-Yr 2013/09/12 : CIA-RDP81-01043R002300240007-9

Declassified in Part - Sanitized Copy Approved for Release @ 50-Yr 2013/09/12 : CIA-RDP81-01043R002300240007-9

C-12: Abtrennung von radioaktivem MnO_2 aus mit thermischen Neutronen aktiviertem $KMnO_4$ 166

C-13: Brom-80 Isomerentrennung 171

C-14: Isotopenverdünnungsanalyse 175

C-15: Kohlenstoff-14 Selbstabsorption 180

C-16: Adsorptive Mitfällung an Silberhalogenid-niederschlägen 185

C-17: Austauschreaktionen 191

C- X: Zur Zeit in Vorbereitung befindliche Versuche 200

Literaturverzeichnis 201

Anhang:

Tabelle 1: Muster einer Messtabelle 206

Tabelle 2: Rechentafel für 64-fach-Untersetzer 207

Tabelle 3: Tabelle nach L. MEYER-SCHÜTZMEISTER 209

Versuch P-1: Grundmessungen am GEIGER-MÜLLER-Zählrohr I

1. Aufgabenstellung:

1.1. Aufnahme der Charakteristik eines GEIGER-MÜLLER-Zählrohres (graphische Darstellung, Angabe der Einsatzspannung, Plateaulänge, Arbeitsspannung, Steigung).

1.2. Bestimmung der Zählrate eines Präparates und Fehlerberechnungen.

1.3. Prüfung der statistischen Reinheit einer Zählung.

1.4. Bestimmung der Totzeit eines Zählrohres mit dem Impulsoszillographen nach der Methode von STEVER, und Berechnung des Totzeitkorrekturfaktors g_τ für verschiedene Zählraten (graphische Darstellung $g_\tau = f(z)$).

2. Literatur: (1, 2, 3, 4, 5)

3. Zubehör:

1 kompl. Messanordnung
1 radioaktives Präparat (Uranglas)
1 Normaloszillograph
1 Impulsoszillograph

Declassified in Part - Sanitized Copy Approved for Release @ 50-Yr 2013/09/12 : CIA-RDP81-01043R002300240007-9

Declassified in Part - Sanitized Copy Approved for Release @ 50-Yr 2013/09/12 : CIA-RDP81-01043R002300240007-9

4. Einführung:

Das Zählrohr dient zum Nachweis und zur Messung radioaktiver Strahlung. Es besteht prinzipiell aus einer zylindrischen, leitenden Kathode (K) und einem zentral angeordneten Anodendraht (A) (Abb. 1). Dieses System ist vakuumdicht eingeschlossen und mit einer Zählgasfüllung versehen. Je nach der Füllung unterscheidet man selbstlöschende (mit Löschgas, meist Alkoholdampf) und nicht selbstlöschende Zählrohre (ohne Löschzusatz). Die letzteren werden z. B. mit einer Totzeitstufe betrieben.

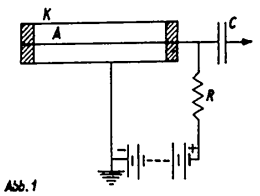


Abb. 1

Fällt ein geladenes Strahlenteilchen in das Zählvolumen ein, so erzeugt es in dem Zählgas eine Ionisation (das Zählrohr registriert auch γ-Quanten infolge der von ihnen im Gehäuse ausgelösten Elektronen (siehe Versuch P-5)). Die gebildeten Elektronen bzw. Ionen bewegen sich infolge des elektrischen Feldes entsprechend ihrer Ladung zur Anode oder Kathode. Die Geschwindigkeit, mit der die entstehenden Elektronen auf den Anodendraht zufliegen, hängt von der Spannung am Zählrohr ab. Man unterscheidet im wesentlichen folgende Arbeitsbereiche:

Den Proportionalbereich:

Die Zählspannung ist gerade so gross, dass die Geschwindigkeit der vom Strahlenteilchen erzeugten Ionen (bzw. Elektronen) ausreicht, um weitere auf dem Weg getroffene Gasmoleküle zu ionisieren. Die Zahl der insgesamt erzeugten Ionen ist dann der Anzahl der Primärionen (vom Strahlen-

teilchen direkt erzeugten Ionen) proportional und deshalb von der Energie des Teilchens abhängig.

Den Auslösebereich:

Die Zählspannung ist so hoch, dass nicht nur die Primärionen neue Ionenpaare bilden können, sondern auch die sekundär gebildeten ionisieren. Es entsteht eine Elektronenlawine, die von der Anzahl der Primärionen unabhängig wird.

Die im Zählrohr entstandenen Elektronen werden auf dem Zähldraht gesammelt und laden kurzzeitig einen Kondensator auf, welcher sich über den Widerstand entlädt. Der Verstärker nimmt einen Spannungsstoss auf, der direkt oder über einen Untersetzer von einem Zählwerk registriert wird.

Eine Zählrohrentladung führt zur Ausbildung einer positiven Raumladung um den Zähldraht. Im Raum zwischen dieser Ladungswolke und dem Zähldraht wird das Feld so weit herabgesetzt, dass neu ankommende Teilchen keine Lawinen bilden können. Erst wenn der Raumladungsmantel ein bestimmtes Stück nach aussen abgewandert ist, nimmt die Feldstärke wieder den Wert an, der der Einsatzspannung des Zählers entspricht. Während dieses Zeitabschnittes ist der Zähler vollkommen unempfindlich, er ist in dieser Zeit tot (Totzeit). Danach treten zunächst Impulse mit kleiner Amplitude auf, die allmählich wachsen und schliesslich nach der "Erholungszeit" wieder die volle Höhe erreichen. (Positive Ladungswolke hat die Kathode erreicht.)

5. Arbeitsanleitung:

5.1. Aufnahme der Charakteristik eines GEIGER-MÜLLER-Zählrohres

Die Zählrate z = m/t (Imp./min) ist mit einem Uranglaspräparat bei gleicher geometrischer Anordnung für verschiedene Zählspannungen U(Volt) zu bestimmen und z = f (U), wie die Abb. 2 zeigt, graphisch darzustellen. Der graphischen Darstellung werden entnommen:

Declassified in Part - Sanitized Copy Approved for Release @ 50-Yr 2013/09/12 : CIA-RDP81-01043R002300240007-9

Declassified in Part - Sanitized Copy Approved for Release @ 50-Yr 2013/09/12 : CIA-RDP81-01043R002300240007-9

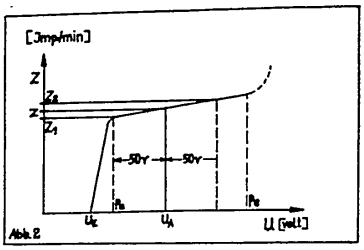


Abb. 2

Einsatzspannung U_E, Plateauanfang P_a, Plateauende P_e und die Arbeitsspannung U_A ca 50 Volt über P_a.

Die Steigerung der Spannung vom Einsatzpunkt U_E erfolgt dabei stufenweise in Abständen von 10 Volt (im Konstanzbereich genügen Abstände von 20 bis 50 Volt).

Achtung! Um das Zählrohr nicht unbrauchbar zu machen, darf nicht über das Plateauende hinweg gemessen werden. Man höre lieber vorher auf und gebe eine Mindestlänge an (etwa grösser als 150 Volt!).

Bei hoher Teilchenzahl (z. B. 2000 pro min im Plateau) genügt eine Messzeit von 1 Minute, man wiederhole jede Messung 3 bis 5 mal (hierdurch machen sich Störungen sofort bemerkbar) und verwende den arithmet. Mittelwert für z zur graphischen Darstellung.

Die Steigung des Plateaus ist im Arbeitspunkt zu ermitteln bezogen auf 100 Volt.

z_1 = Imp./min bei $(U_A - 50)$ Volt

z_2 = Imp./min bei $(U_A + 50)$ Volt

z = Imp./min bei U_A

Steigung: $\dfrac{(z_2 - z_1) \cdot 100}{z}$ %/100 Volt

5.2. Bestimmung der Zählrate eines Präparates und Fehlerberechnungen

Die vom Präparat erzeugte Zählrate z ergibt sich aus

$$z = z_p - z_o,$$

wobei z_p die Zählrate für eine Zählung mit dem Präparat und z_o die Zählrate für eine Zählung ohne Präparat ist. Die Zählrate z_o oder der "Nullwert" (auch Nulleffekt, Leerwert) wird durch die kosmische Strahlung, durch die Aktivitäten in der Umgebung und durch innere Zählrohreffekte bewirkt.

Zur Ermittlung von z_p und z_o müssen die Impulszahlen m_p und m_o mit und ohne Präparat gemessen werden.

Gang der Messung von m_p und der Ermittlung von z_p (m_o und z_o sind nach dem gleichen Verfahren zu bestimmen):

Im Arbeitspunkt U_A des Zählrohres werden mit Präparat (Uranglas) n_p Kontrollmessungen m_{pi} durchgeführt (i = 1, 2, 3 .. n_p).

Zu berechnen sind:

1. Das arithmetische Mittel $\bar{m}_p = \dfrac{\sum_{i=1}^{n_p} m_{pi}}{n_p}$

2. Die Abweichungen ν_i jeder Einzelmessung vom Mittelwert:

$$\nu_i = \bar{m}_p - m_{pi}$$ (Die Summe aller ν_i muss nahezu 0 sein)

3. Die Quadrate der einzelnen Abweichungen:

$$\nu_i^2 = (\bar{m}_p - m_{pi})^2$$

4. Der mittlere statistische Fehler der Einzelmessung:

$$\sigma_{exp} = \pm \sqrt{\frac{\sum \nu_i^2}{(n_p - 1)}} \quad ; \quad \text{für } n_p \gg 1 \approx \pm \sqrt{\frac{\sum \nu_i^2}{n_p}}$$

5. Die Standardabweichung (Erwartungswert):

$$\sigma_{st} = \pm \sqrt{\bar{m}_p}$$

Declassified in Part - Sanitized Copy Approved for Release @ 50-Yr 2013/09/12 : CIA-RDP81-01043R002300240007-9

Declassified in Part - Sanitized Copy Approved for Release @ 50-Yr 2013/09/12 : CIA-RDP81-01043R002300240007-9

6. σ_{exp}/σ_{st} (Reinheitszahl) ist ein Mass für die bei der Messung erreichte statistische Reinheit.

7. Der mittlere statistische Fehler des Mittelwertes $\bar{m}_p$.

absolut: $$\Delta \bar{m}_p = \pm \sqrt{\frac{\sum v_i^2}{n_p (n_p - 1)}} = \pm \frac{\sigma_{exp}}{\sqrt{n_p}}$$

$$\simeq \frac{\sigma_{st}}{\sqrt{n_p}} \simeq \sqrt{\frac{\bar{m}_p}{n_p}}$$

oder relativ: $$\frac{\Delta \bar{m}_p}{\bar{m}_p} \cdot 100 \ (\%)$$

8. Die mittlere Zählrate $\bar{z}_p$ für die Zählung mit dem Präparat ergibt sich aus:

$$\bar{z}_p = \frac{\bar{m}_p}{t_p}$$

Entsprechend ergeben sich:

9. Der absolute statistische Fehler des Mittelwertes der Zählrate:

$$\Delta \bar{z}_p = \frac{\Delta \bar{m}_p}{t_p} = \sqrt{\frac{t_p \cdot \bar{z}_p}{t_p^2 \cdot n_p}} = \sqrt{\frac{\bar{z}_p}{t_p \cdot n_p}}$$

10. Der relative statistische Fehler des Mittelwertes der Zählrate:

$$\frac{\Delta \bar{z}_p}{\bar{z}_p} \cdot 100 = \frac{\Delta \bar{m}_p / t_p}{\bar{m}_p / t_p} = \frac{\Delta \bar{m}_p}{\bar{m}_p}$$

11. Damit folgt für die Zählung mit dem Präparat

$$\bar{z}_p = (\bar{z}_p \pm \Delta \bar{z}_p) \ (\text{Imp./min})$$

oder

$$\bar{z}_p = \bar{z}_p \ (\text{Imp./min}) \pm \frac{\Delta \bar{z}_p}{\bar{z}_p} \cdot 100 \ \%$$

Gleiches führe man zur Ermittlung der Zählrate $\bar{z}_o$ durch.

12. Sind $\bar{z}_p$ und $\bar{z}_o$ auf diese Weise bestimmt, ergibt sich z aus:

$$z = \bar{z}_p - \bar{z}_o$$

13. Der GAUSS'sche Fehler von z wird aus der geometrischen Addition der absoluten Fehler gewonnen.

$$\Delta z = \pm \sqrt{\Delta \bar{z}_p^2 + \Delta \bar{z}_o^2}$$

$$= \pm \sqrt{\frac{\bar{z}_p}{t_p n_p} + \frac{\bar{z}_o}{t_o n_o}}$$

Daraus lässt sich berechnen, dass für $n_p = n_o$ Δz am kleinsten ausfällt, wenn bei vorgegebenem $(t_p + t_o)$

$$\frac{t_o}{t_p} = \sqrt{\frac{\bar{z}_o}{\bar{z}_p}} \quad \text{ist;}$$

$$t_o = t_p \sqrt{\frac{\bar{z}_o}{\bar{z}_p}}$$

z. B. $t_p = 10$ min, $\bar{z}_o \simeq 100$ Imp./min,

$\bar{z}_p = 10\,000$ Imp./min

$$t_o = 10 \cdot \frac{10}{100} = 1 \text{ min}$$

Declassified in Part - Sanitized Copy Approved for Release @ 50-Yr 2013/09/12 : CIA-RDP81-01043R002300240007-9

Declassified in Part - Sanitized Copy Approved for Release @ 50-Yr 2013/09/12 : CIA-RDP81-01043R002300240007-9

5.3. Prüfung der statistischen Reinheit einer Zählung

Die Impulszahl m eines radioaktiven Materials ist etwa in 100 Einzelmessungen zu je 1 Minute zu bestimmen. (ca. 2000 Imp.). Aus diesen Messungen sind zu entnehmen:

1. Der Mittelwert:

$$\bar{m} = \frac{\sum m_i}{n}$$

2. Das Intervall zwischen der grössten und der kleinsten Impulszahl.

   Dieses ist so in etwa 10 Intervalle (Klassen) einzuteilen, dass der kleinste Messwert in die 1. Klasse und der grösste Messwert in die letzte Klasse fällt. Man zähle ab, wieviel Messungen (Häufigkeit H) jeweils im Bereich der einzelnen Klassen liegen und gebe die Zahl in % von der insgesamt durchgeführten Messzahl n an.

3. Die Häufigkeitssumme für die k-te Klasse.

   Die Häufigkeitssumme ist die Summe der Häufigkeiten der Messungen in allen vorangegangenen Klassen einschliesslich der k-ten Klasse. (Die Häufigkeitssumme der 10. Klasse muss definitionsgemäss 100 % betragen!)

Erhält man z. B. für den kleinsten Messwert m = 95 und für den grössten Messwert m = 182 Impulse, so erfolgt die Einteilung in Klassen und die Berechnung von $\sum H$ wie folgt:

Klassen		H		$\sum$ H
1.	90 - 99	2	2 %	2 %
2.	100 - 109	5	5 %	7 %
3.	110 - 119	10	10 %	17 %
4.				
5.				
6.				
7.				
8.				
9.				
10.	180 - 199			100 %

Die Auswertung der Messung wird auf Wahrscheinlichkeitspapier vorgenommen. Die X-Achse ist auf diesem Papier linear geteilt, die Y-Achse nach dem GAUSS'schen Fehlerintegral so geteilt, dass eine Glockenkurve in karthesischen Koordinaten in dieser Teilung eine Gerade ergibt. Dabei werden die Häufigkeitssummen $\sum H$ auf der Y-Achse und die Klassen auf der X-Achse abgetragen.

Aus dem Mittelwert $\bar{m}$ kann man eine Gerade (auf linearem Papier eine Glockenkurve) konstruieren, wie sie bei einer reinen statistischen Verteilung der Messwerte vorliegen sollte.

(Die Einteilung auf der Abszisse muss so vorgenommen werden, dass $\bar{m}$ etwa in der Mitte des Bogens zu liegen kommt und grösster und kleinster Messwert sowie $\bar{m} - 2\sqrt{\bar{m}}$ und $\bar{m} + 2\sqrt{\bar{m}}$ aufgetragen werden können.)

Die theoretische Gerade (theoretische GAUSS-Verteilung) erhält man, indem man

$\bar{m}$ bei 50 % $\sum H$

$\bar{m} - 2\sqrt{\bar{m}}$ bei 2,4 % $\sum H$

$\bar{m} + 2\sqrt{\bar{m}}$ bei 97,6 % $\sum H$

Declassified in Part - Sanitized Copy Approved for Release @ 50-Yr 2013/09/12 : CIA-RDP81-01043R002300240007-9

Declassified in Part - Sanitized Copy Approved for Release @ 50-Yr 2013/09/12 : CIA-RDP81-01043R002300240007-9

einträgt und die 3 Punkte miteinander verbindet.

Die gemessene Kurve erhält man, indem man die Häufigkeitssummen der einzelnen Klassen jeweils über dem grössten Wert der Klasse abträgt.

Man berechne die Abweichungen der experimentell ermittelten Werte von den theoretischen bei $\bar{m} - 2\sqrt{\bar{m}}$ und $\bar{m} + 2\sqrt{\bar{m}}$; betragen diese nicht mehr als 5 %, so ist bei 100 Messwerten die Messung noch mit statistisch rein zu bezeichnen.

5.4. Bestimmung der Totzeit eines Zählrohres mit dem Impulsoszillographen nach der Methode von STEVER und Berechnung des Totzeitkorrekturfaktors g_τ für verschiedene Zählraten (graphische Darstellung $g_\tau = f(z)$)

Nach STEVER lässt sich die Totzeit beim selbstlöschenden Zählrohr wie folgt messen:

Die Zählrohrimpulse lösen die Zeitlinie eines Oszillographen aus, während sie gleichzeitig dem zweiten Plattenpaar des Oszillographen zugeführt werden. Der erste ankommende Impuls löst die Zeitlinie aus und wird gleichzeitig am Beginn der Zeitlinie registriert. Während des weiteren Ablaufs der Zeitlinie erscheint auf ihr innerhalb der Totzeit kein Impuls. Bei Verwendung eines Zeitmarkengebers (Zeitangabe z. B. in 25 µs) kann die Totzeit abgelesen werden.

Das Zählrohr muss vorher auf den Arbeitspunkt eingestellt werden und eine hohe Teilchenzahl (mit Präparat) registrieren.

(2 weitere Methoden der Totzeitmessung siehe Versuch P-2.)

Ist die Totzeit τ eines Zählrohres bekannt, so kann man aus jeder gemessenen Zählrate z die wahre Zählrate z_w berechnen. Der Korrekturfaktor $g_\tau = \frac{z_w}{z}$ ist dabei eine Funktion von z und zwar gilt:

$$g_\tau = \frac{z_w}{z} = \frac{1}{1 - z\tau}$$

Man berechne g_τ für verschiedene Zählraten (etwa 2 500, 5 000, 10 000, 20 000, 30 000 Imp./min) und zeichne $g_\tau = f(z)$ auf Millimeterpapier.

6. Ergänzungen:

6.1. Prinzipieller Aufbau der Messapparatur

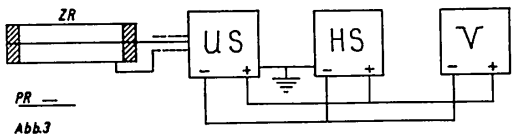


Abb.3

PR = Präparat, ZR = Zählrohr, US = Untersetzergerät, HS = Hochspannungsgerät, V = Netzspannung.

6.2. Messtabellen

Zu jeder Protokollführung gehört die Anfertigung einer ausführlichen Messtabelle. Das Aussehen der Messtabelle richtet sich nach der Aufgabenstellung.

Alle Ablesewerte und Versuchsdaten sind stets zu notieren!! Nicht auf Zetteln schreiben oder rechnen!!

Bei Verwendung eines 64-fach-Untersetzers ist die Rechentabelle im Anhang (Tabelle 2) zu Hilfe zu nehmen. Tabelle 1 im Anhang zeigt ein Muster einer Messtabelle.

6.3. Totzeit

Weitere Ausführungen zur Totzeit siehe Versuche P-2 und C-6 sowie Abb. 29.

Declassified in Part - Sanitized Copy Approved for Release @ 50-Yr 2013/09/12 : CIA-RDP81-01043R002300240007-9

Declassified in Part - Sanitized Copy Approved for Release @ 50-Yr 2013/09/12 : CIA-RDP81-01043R002300240007-9

Versuch P-2: Grundmessungen am GEIGER-MÜLLER-Zählrohr II

1. Aufgabenstellung:

   1.1. Zwei weitere Methoden der Totzeitbestimmung eines Zählrohres.

      1.1.1. Die 2-Präparate-Methode.

      1.1.2. Bestimmung von τ mit der Totzeitstufe nach HERRMANN und RENKER.

   1.2. Prüfung der Längsempfindlichkeit eines zylindrischen GEIGER-MÜLLER-Zählrohres.

2. Literatur: (1, 2, 6)

3. Zubehör:

   1 kompl. Messanordnung
   2 Uranglas-Präparate, 1 Co^{60}-Präparat
   1 Totzeitstufe
   1 Pb-Blendenvorrichtung

4. Einführung: (Siehe auch Einführung zu C-6)

4.1. Zur 2-Präparate-Methode

Unter der Totzeit τ verstehen wir die Zeitdauer in sec, welche ein Zählrohr, nach dem es einen Impuls angezeigt hat, für die weitere Messung unempfindlich (tot!) bleibt.

Bei Bestimmung von τ nach der 2-Präparate-Methode vergleicht man die Summe der Zählraten der einzeln gemessenen Präparate $(z_1 + z_2)$ mit der Zählrate, wenn beide Präparate gleichzeitig auf das Zählrohr einwirken (z_{12}). Wegen des Auftretens von Zählverlusten bei erhöhter Teilchenzahl infolge der Totzeit ergibt sich eine Differenz:

$$z_1 + z_2 > z_{12} + z_o$$

Für die wahren Zählraten (ohne Totzeitverluste!) gilt:

$$z_{1w} + z_{2w} = z_{12w} + z_o$$

(Index w bedeutet wahre Zählrate, z_o = Nulleffekt).

Bei Vorhandensein einer Totzeit τ, lässt sich diese aus den gemessenen Zählraten (diesmal Imp./sec wegen τ (sec)!) näherungsweise ermitteln nach:

$$\tau = \frac{z_1 + z_2 - z_{12} - z_o}{z_{12}^2 - z_1^2 - z_2^2} \text{ (sec)}$$

Die Bestimmung von τ nach der 2-Präparate-Methode, die auf einer konstanten Totzeit basiert, sollte nur dann vorgenommen werden, wenn die Zählverluste nicht mehr als 10 % betragen. (Mit anwachsender Zählrate sinkt die durchschnittliche Totzeit ab. Wie ist dies zu erklären?)

4.2. Zur Bestimmung der Totzeit mit der Totzeitstufe nach HERRMANN und RENKER

Die Totzeitstufe zwingt dem Zählrohr durch künstliche Absenkung der Zählrohrspannung unmittelbar nach Eintreffen eines Impulses eine vorher wählbare Totzeit auf.

Registriert man die Zählrate in Abhängigkeit von der aufgedrückten, künstlichen Totzeit τ_K und trägt $\frac{1}{z} = f(\tau_K)$ graphisch auf, so liegen alle Messpunkte auf einer Geraden durch $\frac{1}{z_w}$, wenn die gewählte, künstliche Totzeit grösser ist als die Totzeit des Zählrohres τ. z_w ist die wahre Zählrate.

Zählt man ohne Totzeitstufe und erhält den Wert $\frac{1}{z_o}$, so kann man aus dem Diagramm, wie in Abb. 4 gezeigt, die Totzeit τ des Zählrohres ermitteln.

Declassified in Part - Sanitized Copy Approved for Release @ 50-Yr 2013/09/12 : CIA-RDP81-01043R002300240007-9

Declassified in Part - Sanitized Copy Approved for Release @ 50-Yr 2013/09/12 : CIA-RDP81-01043R002300240007-9

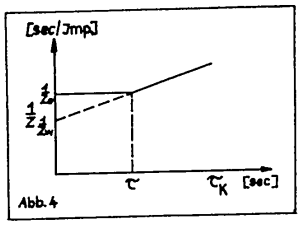


Abb. 4

4.3. Zur Längsempfindlichkeit eines GEIGER-MÜLLER-Zählrohres

Die Empfindlichkeit eines Zählrohres ist nicht in allen Bereichen des Zählrohres gleich. So beobachtet man z. B. bei einem zylindrischen Zählrohr eine Abnahme der Empfindlichkeit nach den Enden des Zählrohres zu. Es soll hier mit einer geeigneten Blendenvorrichtung die relative Längsempfindlichkeit eines zylindrischen Zählrohres ausgemessen werden.

5. Arbeitsanleitung:

5.1. Die 2-Präparate-Methode

Man zählt die Teilchen vom Präparat 1 (m_1) etwa über 10 Minuten (5000 - 10 000 Imp./min) und legt danach das 2. Präparat an die daneben vorgesehene Stelle und zählt die Teilchen vom 1. und 2. Präparat (m_{12}) gemeinsam. Nach Entfernen des 1. Präparates wird mit dem 2. allein gezählt (m_2). Der Nulleffekt (m_o) wird nach Entfernen beider Präparate registriert.

Aus den gemessenen Impulszahlen bestimme man die Zählraten z in (Imp./sec) und berechne die Totzeit nach der oben angegebenen Näherungsformel für τ. Da der Zähler in der Formel für τ einen verhältnismässig kleinen Wert hat, nämlich nur die Differenz von nahezu zwei gleichen Grössen bildet, wird äusserste Messgenauigkeit für z_1, z_2 und z_{12} gefordert.

Eine Fehlerabschätzung für τ ist mit Hilfe der Standardabweichung durchzuführen.

Man berechne die Korrekturfaktoren g_τ für z_1, z_2 und z_{12} ($g_\tau = \frac{z_w}{z} = \frac{1}{1 - z\tau}$), ermittle die wahren Zählraten ($z_w = g_\tau \cdot z$) und die Totzeitverluste ($z_w - z$).

5.2. Totzeitbestimmung mit der Totzeitstufe

Die Zählrate z wird in Abhängigkeit von der aufgedrückten Totzeit τ_K mit der Anordnung Abb. 5 gemessen und $\frac{1}{z}$ (z in Imp./sec) als Funktion von τ_K graphisch dargestellt.

Die Zählrate z_o ohne Totzeitstufe wird gemessen.

Die Totzeit des Zählrohres wird der graphischen Darstellung entnommen.

Warum liegen nur die Messpunkte für $\tau_K > \tau$ auf der Geraden, und wie ist das Verhalten für $\tau_K < \tau$ zu erklären?

5.3. Prüfung der Längsempfindlichkeit eines zylindrischen GEIGER-MÜLLER-Zählrohres

Mit einer Blei-Blenden-Vorrichtung wird ein Gammastrahlbündel ausgeblendet und damit ein Zählrohr in Längsrichtung abgetastet. Die Zählraten sind in Abhängigkeit von der getroffenen Stelle des Zählrohrs graphisch aufzutragen.

Man diskutiere den Verlauf der erhaltenen Längsempfindlichkeit.

Declassified in Part - Sanitized Copy Approved for Release @ 50-Yr 2013/09/12 : CIA-RDP81-01043R002300240007-9

Declassified in Part - Sanitized Copy Approved for Release @ 50-Yr 2013/09/12 : CIA-RDP81-01043R002300240007-9

6. Ergänzungen:

Blockschaltschema zur Zählanordnung mit Totzeitstufe

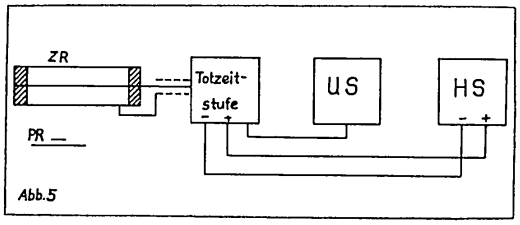


Abb.5

Versuch P-3: Dosimetrie von Gammastrahlung mit Taschen-Kondensatorkammern

1. Aufgabenstellung:

1.1. Messung von γ -Strahlendosen mit Taschenkondensatorkammern.

1.2. Dosisleistungsmessungen und Bestimmung der maximal zulässigen Aufenthaltsdauer "T_{max}" in verschiedenen Abständen "a" von einem Radiumpräparat.

1.3. Abschirmung von Radium-γ -Strahlung durch Blei. (Gebrauch der Tabelle von L. MEYER-SCHÜTZMEISTER.)

2. Literatur: (7, 8, 9)

3. Zubehör:

1 Elektrometergerät mit Messkopf (nach BRUNNER)
1 Bedienungsanweisung für das Elektrometergerät
1 Lichtmarkeninstrument (5 bis 500 μA) mit Beleuchtungstransformator
12 Taschen-Kondensatorkammern (aus Aluminium)
1 Justierkammer
1 Dosisleistungsmesser FH 40 H
1 Ra-Präparat (10 mC) auf Bestrahlungsbrett
Diverse Bleiziegel
1 Stoppuhr

4. Einführung:

Als Einheit für die "Dosis" von Gammastrahlen ist das "Röntgen" (r) eingeführt.

1 r ist diejenige Menge von Röntgen- oder Gammastrahlung, die vermöge ihrer geladenen Sekundärteilchen in einem cm^3 Luft unter Normalbedingungen (= 0,001293 g Luft) $2{,}08 \cdot 10^9$ Ionenpaare erzeugt (das entspricht einer elektrostatischen Ladungseinheit beiderlei Vorzeichens).

Declassified in Part - Sanitized Copy Approved for Release @ 50-Yr 2013/09/12 : CIA-RDP81-01043R002300240007-9

Declassified in Part - Sanitized Copy Approved for Release @ 50-Yr 2013/09/12 : CIA-RDP81-01043R002300240007-9

Liegt an einer bestimmten Stelle eine Gamma-Strahlungs-Intensität vor, so wächst die "Dosis" (D) an dieser Stelle linear mit der Zeit (t) an. Ausserdem nimmt die Dosis (punktförmige Strahlenquelle, geradlinige Ausbreitung der γ-Strahlung vorausgesetzt) mit dem Quadrat des Abstandes (a) von der Strahlenquelle ab und ist der Aktivität N des Strahlers proportional.

Zur Berechnung der Dosis gilt somit:

$$D = D_K \cdot \frac{N \cdot t}{a^2} \text{ (r)},$$

dabei sind N in mC, t in h und a in cm anzugeben. Die Proportionalitätskonstante oder auch "Dosiskonstante" "D_K" hängt von der Art des verwendeten Strahlers ab.

Die Gammastrahl-Emission eines radioaktiven Strahlers wird in Röntgen pro Millicuriestunde (r/mC.h) in 1 cm Abstand von einer Punktquelle ausgedrückt ("Dosiskonstante").

Für Radium:

$$D_K = 8{,}4 \left(\frac{r \cdot cm^2}{h \cdot mC}\right)$$

Unter "Dosisleistung" versteht man den Quotienten Dosis/Zeit.

Man erkennt leicht, dass die "Dosisleistung" bei gleichem Abstand a zeitlich konstant ist, wenn die Aktivität N gleich bleibt. (Dies gilt für Radium, Halbwertzeit 1590 Jahre.)

$$\frac{D}{t} = D_K \cdot \frac{N}{a^2} \text{ (r/h)}$$

Als maximal erlaubte Wochendosis (auch "Toleranzdosis" oder "Indifferenzdosis" genannt) für einen Menschen, der täglich Strahlung ausgesetzt ist (bei 8-stündiger Arbeitszeit pro Tag), werden z. Zt. 300 mr angegeben, das bedeutet 50 mr/Tag.

5. Arbeitsanleitung:

5.1. Messung der γ-Strahlendosis mit Taschenkondensatorkammern

12 Aluminium-Kondensatorkammern (Abb. 6) werden zunächst mit der im Elektrometergerät fest eingestellten Spannung aufgeladen. Hierzu werden nur die kleinen roten Verschlusskappen abgeschraubt (werden die grossen Kappen versehentlich abgeschraubt, wird der Isolator beschädigt, und die Kammer wird unbrauchbar) und die Kammern (mit der Öffnung nach unten) in die "Ladeöffnung" ohne jeden Kraftaufwand eingesetzt. Nachdem sie wieder entnommen und mit der Verschlusskappe versehen worden sind, werden 4 Kammern zum Schutz gegen Feuchtigkeit in Plastik-Beutel gebracht und während des ganzen Arbeitstages zur Personenkontrolle in der Tasche getragen (pro Mann 2 Kammern). Die andern 8 wieder verschlossenen Kammern werden in verschiedenen Abständen von einem 10 mC Ra-Präparat auf einem Bestrahlungsbrett so eingesetzt, dass z. B. die verabreichten Dosen Werte zwischen 0 und 0,25 r ergeben. (Berechnung nach $D = \frac{8{,}4 \cdot N \cdot t}{a^2}$.)

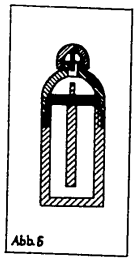


Abb. 6

Nach erfolgter Bestrahlung werden die Kammern (mit abgeschraubter roter Verschlusskappe) in den Messkopf des Gerätes eingesetzt (Öffnung nach unten) und die durch Bestrahlung erfolgte Entladung der Kammer kann in Skt. am Elektrometergerät abgelesen werden. Die Eichkurve (Skt. als Funktion von r) ist zu zeichnen.

Erst zum Schluss des Arbeitstages kontrollieren die beiden mit dieser Aufgabe beschäftigten Mitarbeiter die 4 von ihnen getragenen Kondensatorkammern unter Verwendung der

Declassified in Part - Sanitized Copy Approved for Release @ 50-Yr 2013/09/12 : CIA-RDP81-01043R002300240007-9

Declassified in Part - Sanitized Copy Approved for Release @ 50-Yr 2013/09/12 : CIA-RDP81-01043R002300240007-9

Eichkurve. Das Verhältnis der verabfolgten zur maximal zulässigen Dosis pro Arbeitstag (0,050 r) ist anzugeben.

5.2. Dosisleistungsmessungen und Bestimmung der maximal zulässigen Aufenthaltsdauern "T_{max}" in verschiedenen Abständen von einem 10 mC Ra-Präparat

Ein Dosisleistungsmesser FH 40 H wird in verschiedene Abstände von dem 10 mC Ra-Präparat gebracht, und die Dosisleistungen in r/h bzw. mr/h werden abgelesen.

Die maximalen Aufenthaltsdauern T_{max} (in h) pro 8 h Arbeitstag können dann für die verschiedenen Abstände ermittelt werden. Die so erhaltenen Werte für T_{max} sind als Funktion vom Quadrat des Abstandes graphisch aufzutragen.

Zur Kontrolle sind die maximalen Aufenthaltsdauern für die verschiedenen Abstände nach der Beziehung $T_{max} = K \cdot a^2$ zu berechnen.

K bedeutet hierin eine Konstante, die sich aus der Beziehung

$$D = \frac{D_K \cdot N \cdot t}{a^2} \text{ (r)}$$

ermitteln lässt (für D = 0,05 r, t = T_{max} setzen).

Die so berechneten Werte für T_{max} sind als Funktion vom Quadrat des Abstandes mit in die experimentell gewonnene Kurve einzuzeichnen.

5.3. Abschirmung von Radium-γ-Strahlung durch Blei

Um bei gegebener Aktivität, Strahlenhärte und Arbeitszeit sowie bekanntem Arbeitsabstand die Schichtdicke des Absorbermaterials zu ermitteln, die man zur sicheren Abschirmung braucht (um die Toleranzdosis nicht zu überschreiten), sind Tabellen errechnet, nach welchen man die Schichtdicke des Absorbers direkt in cm angeben kann.

Es soll an Hand eines Beispiels der Gebrauch der Tabelle von MEYER-SCHÜTZMEISTER gezeigt werden (Anhang, Tabelle 3).

Beispiel: Wie gross muss die Absorberdicke von Blei sein bei Verwendung eines 10 mC Radiumpräparates und einem Arbeitsabstand von 50 cm, um die spezifische Dosisleistung von 50 mr pro Tag nicht zu überschreiten?

Für Radium sind die effektive γ-Energie mit 2 MeV und 1 γ-Quant pro Zerfallsakt einzusetzen.

(Für Co^{60} z. B. wähle man in Tabelle 1,5 MeV; da die Tabelle für 1 γ-Quant pro Zerfallsakt berechnet ist, muss hier (Co^{60} 2 γ-Quanten pro Zerfallsakt) die Aktivität vor Anwendung der Tabelle mit 2 multipliziert werden.)

Man setze zwischen das Radiumpräparat und den im Abstand von 50 cm befindlichen Dosisleistungsmesser die oben ermittelte Bleischicht und kontrolliere am Ausschlag des Dosisleistungsmessers, ob die Abschirmung tatsächlich ausreicht!

6. Ergänzungen:

Die Beschreibung des Elektrometergerätes nach BRUNNER sowie die Bedienungsanweisung sind vor Beginn der Aufgabe genau zu studieren!

Declassified in Part - Sanitized Copy Approved for Release @ 50-Yr 2013/09/12 : CIA-RDP81-01043R002300240007-9

Declassified in Part - Sanitized Copy Approved for Release @ 50-Yr 2013/09/12 : CIA-RDP81-01043R002300240007-9

Versuch P-4: Photographische Dosimetrie von Gammastrahlung

1. Aufgabenstellung:

   1.1. Herstellung eines Eichsatzes von geschwärzten Filmen durch Bestrahlung mit Radium-Gammastrahlen mit verschiedenen Dosen. Ausmessung der Filme im Densitometer. Die Eichkurve ist zu zeichnen.

   1.2. Personenkontrolle.

   1.3. Bestimmung der Empfindlichkeit des Filmmaterials für Radium-Gammastrahlung.

2. Literatur: (9, 10, 11, 12)

3. Zubehör:

   1 Densitometer kompl.
   1 Bedienungsanweisung für das Densitometer
   1 Ra-Präparat (10 mC) auf Bestrahlungsbrett
   10 Filmkassetten
   12 unbelichtete Filme
   4 geschwärzte Filme mit dazugehörigem "Nullfilm" (Personenkontrolle!)
   1 Stoppuhr
   Entwickler
   Schnellfixierbad

4. Einführung:

Zur Personenkontrolle werden Filmplaketten getragen. Das sind in einer Kassette befindliche Filme, die z. B. auf Gammastrahlung ansprechen. Die Filme werden in bestimmten Zeitabständen ausgewechselt und in bezug auf die erhaltene Dosis geprüft. Die mit Strahlung arbeitenden Personen dürfen nicht mehr als 300 mr/ Woche (Toleranzdosis = Indifferenzdosis) erhalten!!

Durch diesen Versuch soll das Verfahren der photographi-

schen Dosimetrie gezeigt und die γ-Strahl-Empfindlichkeit des Filmmaterials geprüft werden.

Die verwendeten Filme werden durch γ-Strahlung geschwärzt. Die Schwärzung S eines Filmes gehorcht in guter Näherung dem BUNSEN-ROSCOE'schen Gesetz, nach welchem die Schwärzung proportional mit der Strahlungsintensität J und der Bestrahlungszeit t anwächst:

$$S = c \cdot J \cdot t.$$

Die Schwärzung des Filmes steigt also proportional mit der verabfolgten Dosis D an:

$$S = c \cdot D,$$

wobei für die Berechnung der Dosis (vgl. Versuch P-3) gilt:

$$D = D_K \cdot \frac{N \cdot t}{a^2} \text{ (r)}.$$

Die Grösse c hängt von der Empfindlichkeit des Filmes ab. Da die Schwärzung eines Filmes leicht auszumessen ist, kann D durch die photographische Methode ermittelt werden, wenn die Eichkurve (S = f (D)) existiert.

Die Schwärzung S ist eine Grösse, die für

$$\log \frac{I_o}{I_x}$$

eingeführt ist, wenn I_o die durchgelassene Lichtintensität einer Quelle durch einen unbestrahlten Film und I_x diejenige durch einen bestrahlten Film bedeuten.

Die Schwärzung ist mit einem geeigneten Densitometer leicht zu ermitteln. Die Eichkurve S = f (D) dient zur Ausmessung von Filmen mit unbekanntem D (Personenkontrolle!).

Declassified in Part - Sanitized Copy Approved for Release @ 50-Yr 2013/09/12 : CIA-RDP81-01043R002300240007-9

Declassified in Part - Sanitized Copy Approved for Release @ 50-Yr 2013/09/12 : CIA-RDP81-01043R002300240007-9

5. Arbeitsanleitung:

5.1. Herstellung eines Eichsatzes von geschwärzten Filmen durch Bestrahlung mit Ra-Gammastrahlen mit verschiedenen Dosen. Ausmessung der Filme im Densitometer. Die Eichkurve ist zu zeichnen

10 Filme werden in Kassetten eingelegt und in verschiedenen Abständen von einem 10 mC Ra-Präparat auf einem Bestrahlungsbrett so eingesetzt, dass nach einer Bestrahlungszeit t (vom Assistenten zu erfragen) die einzelnen Filme Dosen zwischen 0 und 0,5 r erhalten (Berechnung nach $D = D_K \cdot \frac{N \cdot t}{a^2}$ (r) unter Beachtung der im Bestrahlungsbrett möglichen Einstellungen für a).

D_K = Dosiskonstante für Radium,
N = Aktivität des Radiumpräparates (in mC),
t = Bestrahlungszeit (in h),
a = Abstand: Kassette - Radiumstift (in cm).

Nach der Bestrahlung werden die Filme unter Anleitung des Assistenten vorschriftsmässig entwickelt (je 5 bestrahlte Filme mit einem unbestrahlten Film ("Nullfilm") zusammen; Markierung nicht vergessen!). Nachdem die Filme getrocknet sind, werden sie im Densitometer ausgemessen. Man erhält eine Eichkurve S = f (D).

Bevor an die Messung mit dem Densitometer gegangen wird, ist die vom Assistenten ausgegebene Bedienungsanweisung genauestens zu studieren!

5.2. Personenkontrolle

Vom Assistenten werden 4 durch Gammastrahlung geschwärzte Filme mit dazugehörigem "Nullfilm" ausgegeben. (Dosis unbekannt.) Die erhaltene Dosis ist zu bestimmen. Fehlerabschätzung!

Frage: Angenommen die Filme wurden 1 Woche bei täglich 8-stündiger Arbeitszeit getragen, ist die Toleranzdosis erreicht?

5.3. Bestimmung der Empfindlichkeit des Filmmaterials für Radium-Gammastrahlung

Aus der gezeichneten Kurve (5.1.)

$$S = f(D) = c \cdot D$$

ist die Filmempfindlichkeit (Schwärzung pro Dosiseinheit (r)) zu ermitteln. Fehlerabschätzung!

6. Ergänzungen:

Man führe jede Messung mit dem Densitometer etwa 5 mal durch und verwende den arithmetischen Mittelwert.

Declassified in Part - Sanitized Copy Approved for Release @ 50-Yr 2013/09/12 : CIA-RDP81-01043R002300240007-9

Declassified in Part - Sanitized Copy Approved for Release @ 50-Yr 2013/09/12 : CIA-RDP81-01043R002300240007-9

Versuch P-5: Absorption von Gammastrahlung

1. Aufgabenstellung:

1.1. Ermittlung der Halbwertsdicken für Blei und Kupfer durch Absorptionsmessungen mit Co^{60} (bzw. Cs^{137}).

1.2. Berechnung der Massenabsorptionskoeffizienten für Blei und Kupfer und Ermittlung der Energie der Gammastrahlung von Co^{60} (bzw. Cs^{137}).

2. Literatur: (13, 14)

3. Zubehör:

1 Vier-Dekadenuntersetzer mit Impulsvorwahl
1 Gamma-Zählrohr
1 Satz Absorberplatten aus Blei und 1 Satz aus Kupfer
1 zylindrisches Bleigehäuse zur Durchführung der Absorptionsmessungen
1 Co^{60}-Präparat oder 1 Cs^{137}-Präparat

4. Einführung:

Trifft Gammastrahlung (Photonen) auf Materie, so treten die Gammaquanten mit den Atomen in Wechselwirkung. Dabei nimmt die Intensität I der Gammastrahlung (pro Flächeneinheit) nach Durchdringen der Schichtdicke dx eines Absorbers um den Betrag dI ab, wobei

$$dI = - \mu I \, dx$$

gilt. μ bedeutet hierin den totalen Absorptionskoeffizienten. Die Absorption der Gammaquanten kann dabei durch 3 Prozesse erfolgen: Photoeffekt, Compton-Effekt und Paarbildung. Der totale Absorptionskoeffizient setzt sich daher aus 3 Anteilen zusammen $\mu = \tau + \sigma + K$, wobei der Anteil, den die einzelnen Effekte an der Absorption eines Gammastrahlbündels haben, von der Energie der Strahlung abhängt.

Integration der Gleichung oben führt zu dem bekannten exponentiellen Absorptionsgesetz

$$I = I_0 \cdot e^{-\mu x}$$

Hierin bedeutet I_0 die Anfangsintensität (x = o) und I die Intensität nach Durchlaufen der Schichtdicke x.

Setzt man statt der Schichtdicke x (in cm) die Flächendichte d (in g/cm^2) des Absorbers ein, wobei $d = \varrho \cdot x$ ist (ϱ die Dichte des Materials in g/cm^3), so wird

$$I = I_0 \, e^{-(\frac{\mu}{\varrho})d}$$

$\frac{\mu}{\varrho}$ (in cm^2/g) wird der "Massenabsorptionskoeffizient" genannt und ist eine vom Absorbermaterial und der Energie der Gammastrahlung abhängige Grösse.

Für niedrige Energien ($E_\gamma < 0{,}5$ MeV) tritt vor allen Dingen der Photoeffekt auf, welcher mit wachsender Energie rasch abnimmt; für mittlere Energien ($E_\gamma < 1$ MeV) kommt die Absorption hauptsächlich durch Comptoneffekt zustande, und bei hohen Energien ($E_\gamma > 1$ MeV) tritt Paarbildung auf. Die totale Absorption (Überlagerung der 3 Effekte) erreicht für alle Elemente ein Minimum für eine bestimmte Energie (für Pb bei 3 MeV; für Cu bei 8 MeV, für Al bei 20 MeV). Führt man daher Absorptionsmessungen mit Blei durch und ermittelt $\frac{\mu}{\varrho}$, um aus Abb. 7 die Energie der Strahlung zu bestimmen, so führt dies zu einer Zweideutigkeit. Erst Absorptionsmessungen an einem zweiten Material (z. B. Kupfer) gestatten, eine eindeutige Energiebestimmung für die verwendete Strahlung zu erreichen.

Declassified in Part - Sanitized Copy Approved for Release @ 50-Yr 2013/09/12 : CIA-RDP81-01043R002300240007-9

Declassified in Part - Sanitized Copy Approved for Release @ 50-Yr 2013/09/12 : CIA-RDP81-01043R002300240007-9

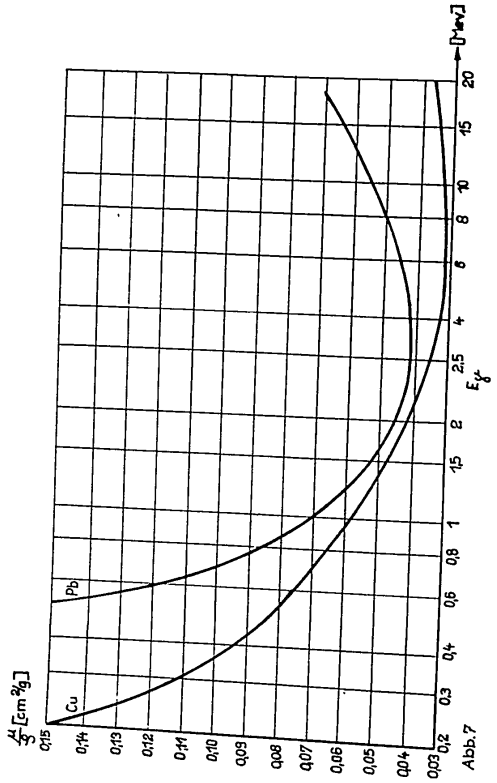


Abb.7

5. Arbeitsanleitung:

5.1. Ermittlung der Halbwertsdicken für Blei und Kupfer durch Absorptionsmessungen mit Co^{60}-Strahlung (bzw. Cs^{137})

Nachdem Einsatz- und Arbeitsspannung des Zählrohrs bestimmt sind, wird zunächst der Nulleffekt gemessen. Dann wird das Gammastrahl-Präparat PR in die Bleianordnung (Abb. 8) gebracht und die Intensität I_o des ausgeblendeten Strahlenbündels mit dem Zählrohr bestimmt. Danach werden die Absorberbleche A eingeschoben und die Intensität I der durchdringenden Strahlung in Abhängigkeit von der durchstrahlten Schichtdicke x (in cm) gemessen.

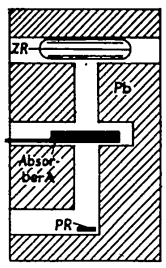


Abb.8

Die Grössen I bzw. I_o sind den Zählraten mit bzw. ohne Absorber (z und z_o) äquivalent. (Nulleffekt abziehen!) Trägt man nun das Verhältnis I/I_o (z/z_o) in Abhängigkeit von der Schichtdicke x am besten auf halblogarithmischem Papier auf, so muss die graphische Darstellung eine Gerade ergeben:

$$\ln \frac{I}{I_o} = -\mu x$$

Die Neigung der Geraden hängt dabei vom durchstrahlten Material ab.

Die Messungen sind für Blei und für Kupfer durchzuführen. Aus den Absorptionsgeraden sind die Halbwertsdicken $x_{1/2}$ in cm ($I = 0{,}5\ I_o$) für Blei und Kupfer abzulesen und nach $d_{1/2}$ in g/cm^2 umzurechnen.

Declassified in Part - Sanitized Copy Approved for Release @ 50-Yr 2013/09/12 : CIA-RDP81-01043R002300240007-9

Declassified in Part - Sanitized Copy Approved for Release @ 50-Yr 2013/09/12 : CIA-RDP81-01043R002300240007-9

5.2. Berechnung der Massenabsorptionskoeffizienten für Blei und Kupfer und Ermittlung der Energie der Gammastrahlung von Co^{60} (bzw. Cs^{137})

Ist die Halbwertsdicke $d_{1/2}$ (g/cm^2) einer Substanz bekannt, so kann man den Massenabsorptionskoeffizienten leicht berechnen nach

$$\frac{\mu}{\rho} = \frac{\ln 2}{d_{1/2}} .$$

$(\frac{\mu}{\rho})_{Pb}$ und $(\frac{\mu}{\rho})_{Cu}$ sind zu berechnen. Dann kann die Strahlungsenergie E_γ der verwendeten Gammastrahlung unter Zuhilfenahme der Abb. 7 bestimmt werden.

Eine Differenzierung der verschiedenen Gammaenergien der Co^{60}-Strahlung ist durch diese Methode nicht möglich.

6. Ergänzungen:

Wird ein Gemisch von zwei Gammastrahlern verwendet, deren Energien sehr unterschiedlich sind (z. B. Co^{60} und Cs^{137}), so macht sich dieses in der Absorptionskurve bemerkbar. Auf Wunsch kann ein Isotopengemisch ausgemessen werden.

Versuch P-6: Bestimmung von Füllstandshöhen durch Gammastrahlmessungen mit Kobalt-60

1. Aufgabenstellung:

In einem mit Wasser gefüllten, undurchsichtigen, zylindrischen Behälter sollen Füllstandshöhenbestimmungen durch Absorptionsmessungen durchgeführt werden.

1.1. Eine Messanordnung für senkrechte Durchstrahlung der Flüssigkeitssäule ist aufzubauen. Eichkurven für Flüssigkeitshöhe und -Volumen sind zu ermitteln.

1.2. Eine Anordnung für horizontale Durchstrahlung des Behälters (parallel zur Flüssigkeitsoberfläche) ist aufzubauen. Mehrere Flüssigkeitshöhen sind auszumessen.

2. Literatur: (15, 16)

3. Zubehör:

1 kompl. Zählgerät (für Einzelteilchenzählung und integrierende Messung); 1 Stoppuhr
1 Gammastrahlzählrohr
1 Co^{60}-Präparat
1 zylindrischer Flüssigkeitsbehälter (undurchsichtig)
Stativmaterial

4. Einführung:

Das Niveau von Flüssigkeiten oder Schmelzen in unzugänglichen Behältern kann durch Gammastrahlmessungen schnell bestimmt werden. Man bringt entweder einen radioaktiven Strahler als Schwimmer in den Behälter hinein und misst die Strahlung von aussen, oder man bringt die Strahlenquelle am Boden des Behälters an und das Zählrohr dicht

Declassified in Part - Sanitized Copy Approved for Release @ 50-Yr 2013/09/12 : CIA-RDP81-01043R002300240007-9

Declassified in Part - Sanitized Copy Approved for Release @ 50-Yr 2013/09/12 : CIA-RDP81-01043R002300240007-9

über dem Behälter, so dass die Absorption der Strahlung vom Flüssigkeitsniveau abhängt.

Man kann auch Präparat und Zählrohr auf entgegengesetzten Seiten aber in gleicher Höhe des Behälters anbringen und beide gleichzeitig von oben nach unten verschieben. Bei Erreichen des Flüssigkeitsniveaus setzt eine starke Intensitätsabnahme (Absorption!) ein.

5. Arbeitsanleitung:

Die Einzelteile, die zu diesem Versuch gehören, werden dem Praktikanten übergeben. Die Messanordnungen sind selbst aufzubauen. Bevor die Netzspannung angelegt wird, muss unbedingt eine Überprüfung vom Assistenten erfolgen!

5.1. Füllstandshöhenbestimmung nach dem Verfahren der senkrechten Durchstrahlung

Die Versuchsanordnung ist aufzubauen (Co^{60}-Präparat unter und Zählrohr über dem Behälter). Zwei Eichkurven sind anzufertigen ($z = f(h)$, h = Füllstandshöhe des Wassers im Behälter; $z = f(V)$, V = Volumen des Wassers).

Mit welcher Genauigkeit können h und V nach dieser Methode bestimmt werden?

5.2. Füllstandshöhenbestimmung nach dem Verfahren der horizontalen Durchstrahlung

Die Versuchsanordnung ist aufzubauen (Präparat dem Zählrohr gegenüber und beide nach oben und unten verschiebbar). Die Messung ist für verschiedene Füllstandshöhen durchzuführen. Mit welcher Genauigkeit können h und V nach dieser Methode bestimmt werden? Wodurch könnte die Genauigkeit der Messung hier im Laboratoriumsversuch erhöht werden?

6. Ergänzungen:

Zur Messung der Gammastrahlung steht ein Zählgerät zur Ver-

fügung, das sowohl Einzelteilchen- als auch integrierende Messung gestattet. Man überlege und probiere selbst, welche Messmethode unter den hier gegebenen Bedingungen zweckmässiger ist.

Wie würden Sie die Versuchsanordnung mit einem schwimmenden Strahler aufbauen? (Vorteile? Nachteile?) Auf besonderen Wunsch kann auch diese Methode versucht werden.

Declassified in Part - Sanitized Copy Approved for Release @ 50-Yr 2013/09/12 : CIA-RDP81-01043R002300240007-9

Declassified in Part - Sanitized Copy Approved for Release @ 50-Yr 2013/09/12 : CIA-RDP81-01043R002300240007-9

Versuch P-7: Messung dicker Schichten
(Durchstrahlungsmethode)

1. Aufgabenstellung:

Messung dicker Schichten durch Absorptionsmessungen mit Co^{60}.

1.1. Aufbau der Versuchsanordnung und Herstellung einer Eichkurve.

1.2. Dickenbestimmungen an verschiedenen Materialstücken.

2. Literatur: (15, 16)

3. Zubehör:

1 kompl. Zählgerät
1 Gammastrahl-Zählrohr
1 Stoppuhr
1 Co^{60}-Präparat
1 Pb-Präparatbehälter mit Blendenvorrichtung
1 Auflagetisch aus Pb mit Blendenvorrichtung
Stativmaterial

4. Einführung:

Durch Versuch P-5 ist bekannt, dass Gammastrahlung beim Durchgang durch Materie geschwächt wird, d. h. die Intensität der Gammastrahlen I_o nimmt ab nach dem Absorptionsgesetz $I = I_o \cdot e^{-\mu x}$, wobei I die Intensität der Gammastrahlung nach Durchdringen der Schichtdicke x (in cm) ist. Man kann die Absorption von Gammastrahlung in Materie ausnutzen, um Dickenmessungen durchzuführen.

Auch die Streuung der Gammastrahlung wird in der "Rückstreumethode" zur Dickenmessung verwendet.

Hier sollen nach dem Durchstrahlungsverfahren (=Absorptionsmethode) Dickenbestimmungen an Eisen durchgeführt werden.

5. Arbeitsanleitung:

5.1. Aufbau der Versuchsanordnung und Herstellung einer Eichkurve

Eine Versuchsanordnung ist aufzubauen. Das Co^{60}-Präparat wird gut abgeschirmt in eine Bleiblendenvorrichtung gebracht. Über der Blendenöffnung befindet sich in einem definierten Abstand das Gammastrahlzählrohr. Zwischen Zählrohr und Präparat werden Eisenschichten verschiedener Dicke geschoben und die Zählrate $(z_p - z_o)$ als Funktion der Schichtdicke x in cm bestimmt.

Die Eichkurve (graphische Darstellung auf halblogarithmischem Papier) ist zu zeichnen.

5.2. Dickenbestimmungen an verschiedenen Materialstücken aus Eisen

Die Dicke (in cm) von mehreren Materialstücken ist an den bezeichneten Stellen zu bestimmen.

Welche Genauigkeit haben die Angaben der Schichtdicken in cm? (Fehlerrechnung!)

Welches Radionuklid wäre ausser Kobalt für diese Messung geeignet?

Mit welchem Strahler und mit welcher Anordnung würden Sie dünne Schichten ausmessen?

6. Ergänzungen:

In der Praxis ist es oft zweckmässiger ein stärkeres Präparat zu verwenden und integrierend zu messen.

Declassified in Part - Sanitized Copy Approved for Release @ 50-Yr 2013/09/12 : CIA-RDP81-01043R002300240007-9

Declassified in Part - Sanitized Copy Approved for Release @ 50-Yr 2013/09/12 : CIA-RDP81-01043R002300240007-9

Versuch P-8: Messung von Strömungsgeschwindigkeiten

1. Aufgabenstellung:

Die Strömungsgeschwindigkeit einer Glasperle durch ein Röhrensystem ist zu ermitteln.

2. Literatur: (15, 16)

3. Zubehör:

1 integrierend arbeitendes Strahlungsmessgerät
1 Gammastrahlzählrohr
1 Co^{60}-Präparat (Glasperle)
1 Stoppuhr
1 Pinzette
1 5 l Flasche mit Markierungsstab
1 Röhrensystem mit Zubehör
Bleiziegel zur Abschirmung

4. Einführung:

Um Strömungsgeschwindigkeiten von Flüssigkeiten zu bestimmen, kann man die Flüssigkeit radioaktiv markieren und das Vorbeifliessen der markierten Flüssigkeit an zwei verschiedenen Stellen durch Anzeige in einem Zählrohr registrieren. Durch "Markierung" von Erdölen kann man in langen Leitungen den Beginn einer neuen Sorte leicht anzeigen, wenn an dem Ort der Entnahme ein Zählrohr rechtzeitig den Wechsel meldet. Mit Hilfe von radioaktiv markierten "Molchen" kann man Rohrverengungen, die z. B. durch Verunreinigungen hervorgerufen werden, feststellen. Es ist nun schwierig, solche in der Praxis auftretenden Probleme im Laboratoriumsversuch interessant zu gestalten. Die in der Praxis verwendeten Messeinrichtungen dazu sind technisch so gut durchgefeilt, dass eine Registrierung, wenn irgend möglich, vollautomatisch erfolgt. Wir mussten eine Markierung mit offenen Präparaten (z. B. radioaktiven Salzen) wegen der Verseuchungsgefahr im Physiklabor vermeiden.

Es soll in diesem Versuch gezeigt werden, mit welcher Empfindlichkeit eine Zählrohranordnung ein vorbeiströmendes Präparat anzeigt. Eine Möglichkeit der technischen Anwendung wird studiert.

5. Arbeitsanleitung:

Durch ein Röhrensystem fliesst aus einem Vorratsbehälter Wasser ab. Die Durchflussgeschwindigkeit des Wassers richtet sich dabei nach dem Niveau des Wassers im Vorratsgefäss. Lässt man nun in das Röhrensystem eine Glasperle gleiten, so wird diese vom Wasser mitgerissen und bewegt sich mit einer Geschwindigkeit, die mit der des Wassers vergleichbar ist (Reibungswiderstand!!). Ist die Glasperle radioaktiv markiert, so kann man die Geschwindigkeit dieser durch radioaktive Messungen leicht ermitteln. Das Vorbeiströmen des "Molches" an einem abgeschirmten Zählrohr macht sich in einem integrierend anzeigenden Zählgerät als Maximalausschlag bemerkbar. Man stoppt die Zeit zwischen 2 Maximalausschlägen und kann dann die Strömungsgeschwindigkeit v der Glasperle nach

$$v = \frac{s}{t}$$

berechnen. Der Weg s, den die Glasperle zwischen den beiden Maximalausschlägen in der Zeit t zurücklegt, wird aus bekanntem Volumen V und Rohrdurchmesser 2 r berechnet. Die Grössen V und r sind beim Assistenten zu erfragen.

Im Röhrensystem dürfen keine Luftblasen vorhanden sein, das Wasser muss während des Versuchs annähernd auf konstante Temperatur gehalten werden (warum?). Das Präparat (Glasperle, genauer Glastropfen) muss am besten mit der Spitze zuerst eingeführt werden (warum?).

Die Zeitdifferenz zwischen 2 Maximalausschlägen ist 5 mal

Declassified in Part - Sanitized Copy Approved for Release @ 50-Yr 2013/09/12 : CIA-RDP81-01043R002300240007-9

Declassified in Part - Sanitized Copy Approved for Release @ 50-Yr 2013/09/12 : CIA-RDP81-01043R002300240007-9

hintereinander für 4 verschiedene Füllstandshöhen zu bestimmen.

Die Durchflussgeschwindigkeit des Molches ist für die 4 verschiedenen Einstellungen aus den Mittelwerten für t zu berechnen.

Die Durchflussgeschwindigkeit ist in Abhängigkeit von der Füllstandshöhe im Vorratsgefäss graphisch darzustellen.

Welche Genauigkeit haben die ermittelten Durchflussgeschwindigkeiten (Fehlerrechnung).

Man diskutiere das Verhältnis der gemessenen Durchflussgeschwindigkeit der Glasperle zur Durchströmungsgeschwindigkeit des Wassers.

6. Ergänzungen:

Der Versuchsaufbau soll vom Praktikanten selbst erfolgen, ist jedoch vor Beginn des Versuches dem Assistenten vorzuführen (erst danach Netzspannung einschalten und Glasperle in Bewegung setzen!).

Das Röhrensystem ist hier im Laboratoriumsversuch so angeordnet, dass der "Molch" zweimal an demselben Zählrohr vorbeiströmt.

Wie würden Sie in einer langgestreckten Leitung v bestimmen?

Versuch P-9: Relative Aktivitätsbestimmung von ß-Strahlern mit dem Glockenzählrohr

1. Aufgabenstellung:

Aktivitätsbestimmung verschiedener ß-aktiver Präparate durch Vergleich mit einem Präparat bekannter Aktivität

1.1. Vergleich von zwei gleichartigen Präparaten eines Radioisotopes mit geringem Aktivitätsunterschied.

1.2. Vergleich von zwei gleichartigen Präparaten eines Radioisotopes mit grossem Aktivitätsunterschied.

1.3. Vergleich von zwei gleichartigen Präparaten eines Radioisotopes auf zwei verschiedenen Präparatunterlagen.

1.4. Vergleich von zwei gleichartigen Präparaten verschiedener Radioisotope.

2. Literatur: (7, 8, 13, 17)

3. Zubehör:

1 Hochspannungsgerät
1 Voltmeter
1 Duadischer Untersetzer
1 mechan. Zählwerk
1 Stoppuhr
verschiedene Präparate
Absorber
Rückstreufolien

4. Einführung:

Die relative ß-Strahlmessung gestattet die Bestimmung der absoluten Aktivität eines Präparates (N_x) durch Vergleich mit einem bekannten (N)(Standard), indem das Verhältnis N_x/N ermittelt wird.

Declassified in Part - Sanitized Copy Approved for Release @ 50-Yr 2013/09/12 : CIA-RDP81-01043R002300240007-9

Declassified in Part - Sanitized Copy Approved for Release @ 50-Yr 2013/09/12 : CIA-RDP81-01043R002300240007-9

Zerfallen in einem radioaktiven Präparat N Atome in der Zeiteinheit und werden dabei N Teilchen ausgestrahlt, so zählt man in einer einfachen Zählanordnung (Abb. 9) nur z Teilchen ($z < N$). Nur ein sehr geringer Teil der vom Präparat emittierten Teilchen gelangt in das Zählrohr und löst einen Zählimpuls aus. Das Verhältnis

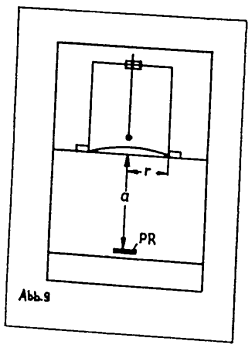


Abb.9

$$\frac{z}{N} = A_w$$

wird der absolute Wirkungsgrad der Zählanordnung genannt.

Der absolute Wirkungsgrad wird durch eine grosse Anzahl apparativer Bedingungen bestimmt:

Jede Anordnung kann nur in einem ganz bestimmten Raumwinkel (Ω) die Strahlung erfassen. Das Verhältnis der im Raumwinkel Ω einfallenden Strahlenteilchen zur Gesamtstrahlung (im Raumwinkel 4π) kann durch den Geometriefaktor

$$G = \frac{\Omega}{4\pi}$$

angegeben werden.

Eine weitere Verminderung der wahren Zerfallsrate N tritt durch Absorption der Strahlung in der Luft und in dem Zählrohrfenster ein. Sie kann durch einen Absorptionsfaktor f_A bestimmt werden.

Veränderungen der wahren Zerfallsrate N werden weiterhin hervorgerufen durch die Rückstreuung von der Präparatunterlage (f_R), die Einstreuung aus der Umgebung (f_U), die

Selbstabsorption im Präparat (f_S), die Totzeit des Zählrohres (f_τ), die beschränkte Ansprechwahrscheinlichkeit des Zählrohres (ε_β) und durch Nachentladung (f_M). Alle Veränderungen können durch Korrekturfaktoren berücksichtigt werden, und es gilt:

$$z = N \cdot A_w = N \cdot G \cdot \varepsilon_\beta \cdot f_M \cdot f_A \cdot f_R \cdot f_U \cdot f_S \cdot f_\tau$$

Zur direkten Bestimmung der Aktivität N eines Präparates müssten durch eine grosse Anzahl von Messungen alle Korrekturfaktoren genau ermittelt werden (siehe Versuch P-10). Wegen der grossen Zahl der eingehenden Faktoren würde dies sehr viel Zeit in Anspruch nehmen und zu einem grossen Fehler führen; ausserdem lassen sich eine Reihe von Korrekturfaktoren nur sehr schwer genau bestimmen.

Man versucht deshalb bei dem zu bestimmenden Präparat möglichst alle apparativen Bedingungen genau wie bei dem bekannten Präparat einzurichten, so dass die Korrekturfaktoren gleich gross sind. Dann folgt unmittelbar, dass sich die Zählraten (z = Zählrate vom bekannten Präparat; z_x = Zählrate vom unbekannten Präparat) wie die Aktivitäten (N; N_x) verhalten, d. h.

$$\frac{z_x}{z} = \frac{N_x}{N}$$

oder

$$N_x = \frac{z_x}{z} \cdot N$$

5. Arbeitsanleitung:

5.1. Vergleich von zwei gleichartigen Präparaten eines Radioisotopes mit geringem Aktivitätsunterschied

Sind zwei Präparate desselben radioaktiven Isotopes auf gleicher Unterlage in der gleichen geometrischen Form aufgetragen und wird mit derselben Zählapparatur unmittelbar

Declassified in Part - Sanitized Copy Approved for Release @ 50-Yr 2013/09/12 : CIA-RDP81-01043R002300240007-9

Declassified in Part - Sanitized Copy Approved for Release @ 50-Yr 2013/09/12 : CIA-RDP81-01043R002300240007-9

nacheinander, unter genau gleichen apparativen Bedingungen registriert, so darf angenommen werden, dass der absolute Wirkungsgrad A_w für beide Zählungen gleich gross ist. Man muss nur darauf achten, dass in beiden Zählungen die Totzeitkorrektur vernachlässigt werden kann. Das heisst aber, die Zählraten dürfen nicht grösser als 5000 Imp./min werden. Dann gilt unmittelbar für die zu bestimmende Aktivität N_x:

$$N_x = \frac{z_x}{z} N\ (C),$$

wenn N bekannt und in Curie (C) angegeben ist.

Man bestimme ein unbekanntes Präparat danach durch Vergleich mit einem Standard auf ± 1 % genau und gebe den absoluten Wirkungsgrad (A_w) der Messung an.

Man studiere den Einfluss des Abstandes des Präparates vom Zählrohr auf die Grösse der Zählrate, indem man z für verschiedene Abstände a (Zählrohr - Präparat) registriert. Die Abhängigkeit stelle man graphisch dar durch die Funktion

$$z = f\ (\frac{1}{a^2})$$

und betrachte gleichzeitig die Veränderung des Geometriefaktors in einer Darstellung

$$z = f\ (G\ ),$$

wobei $G = \frac{\Omega}{4\pi} = \frac{1}{2}\ (1 - \frac{a}{\sqrt{a^2 + r^2}})$ ist,

a = Abstand: Präparat - Zählrohr
2r = Durchmesser des Zählrohrfensters.

Man diskutiere die Ergebnisse und die Bedeutung der graphischen Darstellungen.

5.2. Vergleich von zwei gleichartigen Präparaten eines Radioisotopes mit grossem Aktivitätsunterschied

Sind die Aktivitäten zweier gleichartiger Präparate eines Isotopes so stark verschieden, dass in der gegebenen Zählanordnung durch Abstandsvariation keine auswertbaren Zählraten mehr zu erhalten sind, so kann vor das stärkere Präparat (z_x) ein Absorber eingeschoben werden. Sind sonst alle apparativen Bedingungen konstant gehalten, so kürzen sich bei dem Quotienten z_x/z alle Faktoren von A_w heraus bis auf die Korrektur f_{Ab}, die durch den eingeschobenen Absorber bedingt ist. Damit gilt dann

$$N_x = \frac{z_x}{z\ f_{Ab}} N\ (C).$$

Die Grösse von f_{Ab} kann mit dem schwächeren Präparat z direkt gemessen werden, da die Absorption bei gleichem Strahler und gleicher Anordnung konstant ist.

Für f_{Ab} gilt:

$$f_{Ab} = \frac{z_{(mit)}}{z_{(ohne)}},$$

wobei $z_{(mit)}$ die Zählrate mit eingeschobenem Absorber und $z_{(ohne)}$ die Zählrate ohne Absorber bedeuten.

Man studiere die Abhängigkeit der Zählrate von der Absorberdicke und bestimme $f_{Ab} = \frac{z_{(mit)}}{z_{(ohne)}}$ in Abhängigkeit von dem Flächengewicht pro Quadratzentimeter (mg/cm^2) des Absorbers (d). Zur Darstellung wähle man einfach-logarithmisches Papier und trage auf

$$\ln \frac{z_{(mit)}}{z_{(ohne)}} = f\ (d)$$

Man diskutiere Bedeutung und Anwendungsmöglichkeit dieser Darstellung.

Declassified in Part - Sanitized Copy Approved for Release @ 50-Yr 2013/09/12 : CIA-RDP81-01043R002300240007-9

Declassified in Part - Sanitized Copy Approved for Release @ 50-Yr 2013/09/12 : CIA-RDP81-01043R002300240007-9

5.3. Vergleich von zwei gleichartigen Präparaten eines Radioisotopes auf zwei verschiedenen Unterlagen

Besitzen zwei Präparate eines Isotopes die gleiche geometrische Form, und sind sie nur auf verschiedenen Unterlagen aufgetragen, so können ihre Aktivitäten verglichen werden bei Berücksichtigung der verschiedenen Rückstreuung von der Unterlage. Es kürzen sich bei Gleichhaltung aller apparativen Bedingungen bei dem Quotienten z_x/z alle Korrekturfaktoren heraus bis auf die Rückstreufaktoren und es gilt

$$N_x = \frac{z_x}{z} \frac{f_R}{f_{Rx}} \cdot N \ (C)$$

Der Rückstreufaktor f_R ergibt sich aus:

$$f_R = \frac{z_{(mit)}}{z_{(ohne)}},$$

wobei $z_{(mit)}$ die Zählrate mit und $z_{(ohne)}$ die Zählrate ohne rückstreuende Unterlage bedeuten. Zur Bestimmung dieses Faktors wird ein Präparat auf einer dünnen Zaponhaut verwendet, für welche die Rückstreuung vernachlässigt werden darf ($f_R = 1$). Durch Unterlegen verschiedener Stoffe kann für jedes Material der Rückstreufaktor ermittelt werden.

Man untersuche die Veränderung des Rückstreufaktors mit zunehmender Dicke der Präparatunterlage d (mg/cm^2) bei Aluminium und zeichne $f_R = f(d)$. Mit anwachsender Schichtdicke nähert sich der Rückstreufaktor dem Sättigungswert f_R^S.

Wie gross sind f_R^S und die Sättigungsrückstreudicke für Aluminium?

Weiterhin untersuche man die Abhängigkeit der Korrektur f_R^S von der Ordnungszahl des rückstreuenden Materials und trage f_R^S in Abhängigkeit von der Ordnungszahl ab.

Man diskutiere Bedeutung und Anwendungsmöglichkeit der graphischen Darstellungen.

5.4. Vergleich von zwei gleichartigen Präparaten verschiedener Radioisotope

Bei zwei gleichartigen Präparaten verschiedener radioaktiver Isotope ist wegen der verschiedenen Strahlenenergie ein genauer, direkter Vergleich nur schwer möglich. Auch bei gleichen apparativen Bedingungen sind dann die Faktoren von A_w nicht gleich gross, weil Absorption, Rückstreuung, Ansprechwahrscheinlichkeit und die Selbstabsorption im Präparat von der Strahlenenergie abhängig sind. Daher ist es im allgemeinen einfacher und günstiger, sich für jedes radioaktive Isotop durch eine Absolutmethode ein Standardpräparat herzustellen (siehe auch Versuch P-10).

Unter gewissen Voraussetzungen und Vernachlässigungen ist jedoch ein ungefährer Vergleich möglich. Die Rückstreuung bei Sättigungsdicke ($f_R = f_R^S$) der Präparatunterlage hängt ab 0,7 MeV nicht mehr wesentlich von der Strahlenenergie ab. Bei Auftragung der Präparate auf eine dünne Zaponhaut kann die Rückstreuung vernachlässigt werden. Liegen sehr dünne Präparate (wenig aktive Substanz), d. h. verhältnismässig schwache Präparate vor, so darf auch die Selbstabsorption bei grösserer Strahlenenergie vernachlässigt werden. Wird noch die geringe Veränderung von f_U vernachlässigt, so kann man alle Korrekturfaktoren aus A_w unter den erwähnten Bedingungen konstant halten bis auf f_A.

Die Korrektur f_A erfasst die Absorption im Zählrohrfenster und in der Luft, falls kein zusätzlicher Absorber eingeschoben wird. Diese Korrektur ist bei verschiedener Strahlenenergie nicht gleich gross. Bei geringen Energieunterschieden kann der Fehler sehr klein gehalten werden, indem man ein Zählrohr mit möglichst dünnem Fenster wählt und den Abstand möglichst klein macht.

Unter den genannten Voraussetzungen kann unter Berücksich-

Declassified in Part - Sanitized Copy Approved for Release @ 50-Yr 2013/09/12 : CIA-RDP81-01043R002300240007-9

Declassified in Part - Sanitized Copy Approved for Release @ 50-Yr 2013/09/12 : CIA-RDP81-01043R002300240007-9

tigung der verschiedenen Absorption nach folgender Gleichung verglichen werden

$$N_x = \frac{z_x}{z} \cdot \frac{f_A}{f_{A_x}} N \quad (C)$$

Die Korrekturen f_{A_x} und f_A können aus Absorptionsmessungen mit beiden Strahlern bestimmt werden. Ist das Flächengewicht des Zählrohrfensters (d_F) und der zwischenliegenden Luftschicht (d_L) bekannt, so kann man durch Einschieben von Aluminiumabsorbern (d_{Al}) die Zählrate in Abhängigkeit von der totalen Absorberdicke ($d_F + d_L + d_{Al}$) bestimmen. Man trägt log z in Abhängigkeit von $d = d_F + d_L + d_{Al}$ auf und erhält bei nicht zu grossen Veränderungen der Absorberdicke eine Gerade, die bis d = 0 verlängert werden kann. Der Schnittpunkt liefert die Zählrate $z_{(ohne)}$, die wir erhalten würden, wenn man ohne Zählrohrfenster und Luftabsorption messen könnte. Mit der Zählrate $z_{(mit)}$, die nur bei Luft- und Fensterabsorption registriert wurde, kann nun f_A ermittelt werden.

6. Ergänzungen:

Bei allen Messungen muss natürlich beachtet werden, ob Totzeitkorrekturen erforderlich sind oder nicht. In jedem Einzelfall ist zu untersuchen, welche Korrekturen noch notwendig werden.

Versuch P-10: Absolute Aktivitätsbestimmung mit definierter Geometrie am Glockenzählrohr

1. Aufgabenstellung:

Absolute Aktivitätsbestimmung eines Tl^{204}-Präparates nach der Methode der definierten Geometrie.

2. Literatur: (7, 18, 19)

3. Zubehör:

- 1 Glockenzählrohr mit Gehäuse
- 1 Satz Aluminiumabsorber
- 1 Hochspannungsgerät
- 1 Untersetzer
- 1 Voltmeter
- 1 Stoppuhr
- 1 Zählrohrblende
- 1 Totzeitstufe

4. Einführung:

Mit einem Glockenzählrohr, das ein möglichst dünnes und grosses Strahlenfenster besitzt, kann bei genauer Berücksichtigung aller Zählverluste die Aktivität eines Präparates absolut (ohne Vergleich) bestimmt werden.

Der absolute Wirkungsgrad einer Zählung (A_w) ist durch die Versuchsanordnung bedingt. (Siehe auch P-9) Man definiert:

$$A_w = \frac{z}{N}$$

wobei z die registrierte Zählrate und N die absolute Aktivität bedeuten (Atomzerfälle pro sec). Mit den einzelnen Korrekturfaktoren für die Zählverluste ergibt sich die absolute Aktivität aus:

$$N = \frac{z}{A_w} = \frac{z}{G \cdot \varepsilon_\beta \cdot f_M \cdot f_A \cdot f_R \cdot f_U \cdot f_S \cdot f_\tau}$$

Declassified in Part - Sanitized Copy Approved for Release @ 50-Yr 2013/09/12 : CIA-RDP81-01043R002300240007-9

Declassified in Part - Sanitized Copy Approved for Release @ 50-Yr 2013/09/12 : CIA-RDP81-01043R002300240007-9

Hierbei bedeuten die einzelnen Korrekturfaktoren:

$G = \frac{\Omega}{4\pi}$ = Geometriefaktor

ε_β = Ansprechwahrscheinlichkeit des Zählrohres

f_M = Nachentladungsfaktor

f_A = Absorptionsfaktor

f_R = Rückstreufaktor

f_U = Einstreuung aus der Umgebung

f_S = Selbstabsorptionsfaktor

f_τ = Totzeitkorrektur

Die Bestimmung des Geometriefaktors:

$$G = \frac{\Omega}{4\pi} = \frac{1}{2}\left(1 - \frac{a}{\sqrt{a^2 + r^2}}\right)$$

birgt die grössten Fehlerquellen, weil die Formel nur für ein punktförmiges Präparat genau stimmt. Ausserdem ist der Anfang des empfindlichen Zählvolumens im Glockenzählrohr nicht genau bekannt. Es wird versucht, beide Fehler auszuschalten. Das Präparat wird auf einem Plexiglaskonus aufgetragen und die Spitze als punktförmiges Präparat verwendet. Zur genauen Definition des Raumwinkels wird eine Aluminiumblende vor das Zählrohr gesetzt, die wesentlich kleiner als das Zählrohrfenster ist. (Abb. 10) Die Ansprechwahrscheinlichkeit ε_β darf für die Glockenzählrohre mit normaler Zählgasfüllung für grössere ß-Energien ($>$ 0,7 MeV) mit 100 % angenommen

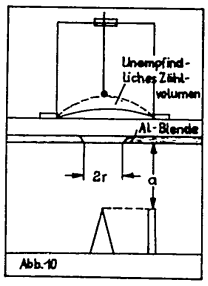


Abb.10

werden. Der Nachentladungsfaktor kann gleich 1 werden, wenn eine Totzeitstufe benutzt wird und dem Zählrohr eine grosse Totzeit aufgedrückt wird, so dass nach dieser Zeit keine Nachentladungen eintreten. Auch der Faktor f_U kann bei der verwendeten Versuchsanordnung gleich 1 gesetzt werden (warum?). Die Selbstabsorption muss vernachlässigbar klein sein, das heisst, die spezifische Aktivität gross (C/g Substanz). Es werden entweder sehr schwache Präparate verwendet oder Selbstabsorptionskorrekturen berechnet (siehe Literatur und Versuch C-15).

Die Korrekturfaktoren f_A, f_R und f_τ werden, wie bei den Versuchen P-1 und P-9 ermittelt.

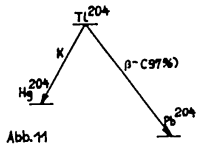


Abb.11

Da im Tl^{204} 3 % aller Atomzerfälle mit K-Einfang vorsichgehen, ist die gemessene Zählrate um 3 % zu erhöhen (Abb. 11, Zerfallsschema von Tl^{204}).

5. Arbeitsanleitung:

Zunächst müssen das Zählrohrplateau und die Arbeitsspannung bestimmt werden. Im Arbeitspunkt wird wie in Versuch P-1 die Zählrate für das Präparat ermittelt ($z = z_p - z_o$).

An z_p, der Zählrate mit Präparat, werden die in der Einführung beschriebenen Korrekturen vorgenommen. Zur Bestimmung von f_A ist ein Diagramm

$$\log z_p = f(d)$$

aufzunehmen. (d = Flächengewicht in mg/cm^2 des Aluminiumabsorbers + Zählrohrfenster + Luft). Durch Verlängerung der

Declassified in Part - Sanitized Copy Approved for Release @ 50-Yr 2013/09/12 : CIA-RDP81-01043R002300240007-9

Declassified in Part - Sanitized Copy Approved for Release @ 50-Yr 2013/09/12 : CIA-RDP81-01043R002300240007-9

Geraden gewinnt man den wahren Wert z_p für $\bar{d} = 0$, (siehe P-9). Für die Rückstreuung an Plexiglas (f_R) wird der Wert benutzt, der in P-9 bestimmt wurde.

Man berechne die absolute Aktivität des Präparates und diskutiere die auftretenden Fehler.

Versuch P-11: Absolute Aktivitätsbestimmung nach der Koinzidenzmethode

1. Aufgabenstellung:

   Absolute Aktivitätsbestimmung eines Co^{60}-Präparates nach der ß-γ-Koinzidenzmethode.

2. Literatur: (13, 18, 20)

3. Zubehör:

   1 Co^{60}-Präparat auf einem Plexiglasteller
   1 Hochspannungsgerät
   1 Koinzidenzverstärker
   1 Untersetzer mit Zählwerk
   1 Regeltransformator
   1 Glockenzählrohr
   1 γ-Zählrohr
   1 Zählrohrgehäuse
   1 Stoppuhr
   2 Aluminiumabsorber
   1 Bedienungsanweisung für den Koinzidenzverstärker

4. Einführung:

Die absolute Aktivität N eines Co^{60}-Präparates kann aus Messungen der ß- und γ-Strahlung sowie der ß-γ-Koinzidenzen errechnet werden, da ein ß-Teilchen und 2 γ-Quanten bei jedem Zerfall ausgesendet werden. (Zerfallsschema des Co^{60} Abb. 12)

Unter Koinzidenzen versteht man das gleichzeitige Auftreten eines Impulses im ß-Zählrohr und im γ-Zählrohr. Diese können elektronisch von einem Koinzidenzverstärker ausgesiebt und registriert werden. Wegen des verschiedenen absoluten Wirkungsgrades der ß- und γ-Messung (hierzu siehe Versuch P-9) wird nicht bei jedem Atomzerfall eine Koinzidenz gezählt.

Declassified in Part - Sanitized Copy Approved for Release @ 50-Yr 2013/09/12 : CIA-RDP81-01043R002300240007-9

Declassified in Part - Sanitized Copy Approved for Release @ 50-Yr 2013/09/12 : CIA-RDP81-01043R002300240007-9

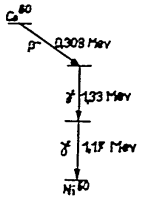


Abb. 12

Aus den Messungen der ß-Strahlung des Co^{60}-Präparates mit dem Glockenzählrohr erhält man die ß-Zählrate z_β. Ist E der absolute Wirkungsgrad der Messung, so gilt:

$$z_\beta = E \cdot N$$

Die γ-Strahlmessung des Co^{60}-Präparates mit dem γ-Zählrohr ergibt die γ-Zählrate z_γ. Ist F der absolute Wirkungsgrad der γ-Messung, so gilt:

$$z_\gamma = F \cdot N$$

Zählt man während der ß- und γ-Messungen mit einem Koinzidenzverstärker die Koinzidenzen $z_{\beta\gamma}$, so gilt ausserdem:

$$z_{\beta\gamma} = E \cdot F \cdot N$$

Aus den 3 Gleichungen für z_β, z_γ, und $z_{\beta\gamma}$ findet man für die absolute Aktivität N:

$$N = \frac{z_\beta \cdot z_\gamma}{z_{\beta\gamma}}$$

Man erhält N in Zerfällen pro sec und rechnet nach der Beziehung $3{,}7 \cdot 10^{10}$ Zerf./sec = 1 Curie um.

Für die Messungen können allgemein übliche Glockenzählrohre und γ-Zählrohre verwendet werden. Korrekturfaktoren treten nur wenige auf, so dass die Methode experimentell einfach wird. Sie ist jedoch nur für einige Strahler exakt anzuwenden und erfordert eine umfangreiche Messarbeit.

Den Versuchsaufbau zeigen die beiden Skizzen in 6. Ergänzungen. Das Präparat ist möglichst nahe am γ-Zählrohr anzuordnen, damit die ß- und γ-Zählraten sich nicht zu stark unterscheiden.

5. Arbeitsanleitung:

5.1. Allgemeines

Es empfiehlt sich, vor Beginn der Messungen eine genaue Messtabelle aufzustellen, die die Reihenfolge der Messungen und die zu notierenden Zählraten genau enthält. Man überlege dabei, welche Zählraten am längsten und genauesten zu messen sind, damit in der vorgeschriebenen Versuchszeit ein möglichst kleiner Messfehler auftritt.

Kontrolle der Koinzidenzapparatur: Vor Beginn der Messungen muss die Verstärkung am Koinzidenzgerät und am Untersetzer so einreguliert sein, dass die Impulse vom ß-Zählrohr und vom γ-Zählrohr unabhängig voneinander registriert werden. Durch Herausziehen des Anschlusskabels für das ß-Zählrohr bzw. für das γ-Zählrohr kann das unabhängige Arbeiten leicht überprüft werden.

5.2. Ermittlung der Zählraten z_β, z_γ und $z_{\beta,\gamma}$

5.2.1. Bestimmung von z_β

Ist das Präparat in das Zählrohrgehäuse eingeschoben, so registriert man mit dem Glockenzählrohr die ß-Strahlung und einen kleinen Teil der γ-Strahlung, da jedes Glockenzählrohr stets auch in geringem Masse auf γ-Strahlung anspricht. Da wir immer den Nulleffekt mit registrieren, erhalten wir eine Zählrate $(z_{(\beta + \gamma + 0)})$, die durch die ß-

Declassified in Part - Sanitized Copy Approved for Release @ 50-Yr 2013/09/12 : CIA-RDP81-01043R002300240007-9

Declassified in Part - Sanitized Copy Approved for Release @ 50-Yr 2013/09/12 : CIA-RDP81-01043R002300240007-9

Strahlung, die γ-Strahlung und den Nulleffekt bedingt ist.

Um die β-Zählrate z_β allein zu ermitteln, müssen wir noch eine zweite Messung durchführen, bei der wir durch Einschieben eines Aluminiumabsorbers vor das β-Zählrohr die β-Strahlung von der Zählung fernhalten. Wir registrieren dann eine Zählrate $z^*_{(\gamma + 0)}$, die allein durch die γ-Strahlung und den Nulleffekt bedingt ist.

Die Dicke des Aluminiumabsorbers richtet sich nach der Energie der β-Strahlung. Sie muss so gewählt sein, dass keine β-Strahlung mehr durchkommt, die γ-Strahlung aber möglichst wenig geschwächt wird.

Führt man in beiden Zählern eine Totzeitkorrektur vor, so erhält man aus der Differenz die wirkliche β-Zählrate:

$$z_\beta = z_{(\beta + \gamma + 0)} \varepsilon_1 (\tau_\beta) - z^*_{(\gamma + 0)} \varepsilon_2 (\tau_\beta)$$

$$\cong (z_{(\beta + \gamma + 0)} - z^*_{(\gamma + 0)}) \varepsilon (\tau_\beta)$$

Hierbei bedeuten τ_β die Totzeit des Glockenzählrohres und

$$\varepsilon (\tau_\beta) = \frac{1}{1 - (z_{(\beta + \gamma + 0)} - z^*_{(\gamma + 0)})\tau_\beta} = \frac{1}{f(\tau_\beta)}$$

die Totzeitkorrektur für $(z_{(\beta + \gamma + 0)} - z^*_{(\gamma + 0)})$.

Da $z^*_{(\gamma + 0)}$ und damit auch $\varepsilon_2 (\tau_\beta)$ oft sehr klein ausfallen, reduziert die Näherungsformel meist aus.

5.2.2. Bestimmung von z_γ

Vor der Registrierung der γ-Strahlung muss kontrolliert werden, ob das Zählrohr nur auf die γ-Strahlung anspricht. Dies kann leicht durch Zwischenschieben des in 5.2.1. verwendeten Absorbers zwischen γ-Zählrohr und Präparat geschehen. Ändert sich dabei die Zählrate nicht wesentlich, so darf angenommen werden, dass auch ohne Absorber nur γ-Strahlung registriert wird. Sicherer ist, stets einen

entsprechenden Aluminiumabsorber vor das γ-Zählrohr zu schieben.

Dann registriert man mit dem γ-Zählrohr eine Zählrate $(z_{(\gamma + 0)})$, die nur von der γ-Strahlung und dem Nulleffekt herrührt. Mit der entsprechenden Totzeitkorrektur ergibt sich dann die Zählrate nach einer Nulleffektsmessung (z_0) aus der Differenz:

$$z_\gamma = z_{(\gamma + 0)} \varepsilon_1 (\tau_\gamma) - z_{(0)} \varepsilon_2 (\tau_\gamma)$$

$$\cong (z_{(\gamma + 0)} - z_{(0)}) \varepsilon (\tau_\gamma)$$

Hierbei bedeutet τ_γ die Totzeit des γ-Zählrohres und

$$\varepsilon (\tau_\gamma) = \frac{1}{1 - (z_{(\gamma + 0)} - z_{(0)})\tau_\gamma} = \frac{1}{f(\tau_\gamma)}$$

die Totzeitkorrektur.

5.2.3. Bestimmung von $z_{\beta\gamma}$

Zählen das γ-Zählrohr und das β-Zählrohr, so registriert das Zählwerk des Koinzidenzgerätes die gleichzeitig auftretenden β- und γ-Impulse $(z_{\beta,\gamma})$. Da das Glockenzählrohr auch einige γ-Strahlen mitzählt, werden auch Koinzidenzen $(z_{\gamma\gamma})$ zwischen zwei γ-Quanten registriert. Durch die kosmische Strahlung und den Nulleffekt ergeben sich auch ohne Präparat Koinzidenzen (z_{00}). Rein zufällig bedingt durch das Auflösungsvermögen des Koinzidenzverstärkers entstehen bei hohen β- und γ-Zählraten noch einige zufällige Koinzidenzen (z_z). Wir registrieren also am Koinzidenzzählwerk eine Zählrate $(z_{(\beta\gamma + \gamma\gamma + 00 + z)})$, die durch $\beta\gamma$, $\gamma\gamma$, 00- und zufällige Koinzidenzen zustande kommt.

Setzen wir vor das Glockenzählrohr einen Aluminiumabsorber, so können keine $\beta\gamma$-Koinzidenzen mehr auftreten. Wir registrieren sodann eine Zählrate $(z_{(\gamma\gamma + 00 + z)})$, die nur

Declassified in Part - Sanitized Copy Approved for Release @ 50-Yr 2013/09/12 : CIA-RDP81-01043R002300240007-9

Declassified in Part - Sanitized Copy Approved for Release @ 50-Yr 2013/09/12 : CIA-RDP81-01043R002300240007-9

durch die $\gamma\gamma$, 00- und zufälligen Koinzidenzen bedingt ist.

Beachtet man die Totzeitkorrekturen, die durch die Totzeit des Glockenzählrohres und des γ -Zählrohres anzubringen sind, so ergibt sich leicht die Näherungsformel:

$$z_{\beta\gamma} \cong \left\{ z_{(\beta\gamma + \gamma\gamma + 00 + z_1)} - z_{(\gamma\gamma + 00 + z_2)} - z_z \right\} g^*(\tau_\beta) \cdot g^*(\tau_\gamma)$$

Das dritte Glied in der Klammer berücksichtigt die zufälligen Koinzidenzen (z_z), die bei einer Zählrate z_β und z_γ auftreten. Sie lassen sich leicht aus der Formel

$$z_z = 2\tau_K \cdot z_\beta \cdot z_\gamma$$

berechnen, wobei τ_K das Koinzidenzauflösungsvermögen des Koinzidenzverstärkers bedeutet und elektrisch mit einem Doppelimpulsgeber oder durch einfache Zählungen bestimmt werden kann. Das Koinzidenzauflösungsvermögen ist am Koinzidenzverstärker angegeben. Die Totzeitkorrekturen berechnet man aus

$$g^*(\tau_\beta) = \frac{1}{1 - (z_{(\beta + \gamma + 0)})\tau_\beta}$$

und

$$g^*(\tau_\gamma) = \frac{1}{1 - (z_{(\gamma + 0)})\tau_\gamma}$$

5.3. Abschätzung des Messfehlers

Der Fehler der Aktivitätsbestimmung ergibt sich nach dem GAUSS'schen Fehlerfortpflanzungsgesetz aus der Formel für $N = \frac{z_\beta \cdot z_\gamma}{z_{\beta\gamma}}$ zu:

$$\frac{\Delta N}{N} = \sqrt{\left(\frac{\Delta z_\beta}{z_\beta}\right)^2 + \left(\frac{\Delta z_\gamma}{z_\gamma}\right)^2 + \left(\frac{\Delta z_{\beta\gamma}}{z_{\beta\gamma}}\right)^2}$$

Die Zählraten z_x (= z_β; = z_γ ; = $z_{\beta\gamma}$) werden aus der Differenz zweier Zählraten (z_1, z_2) ermittelt. (Bei der Koinzidenzrate wird der Fehler von z_z vernachlässigt.) Der absoluto Fehler dieser Grössen ergibt sich deshalb aus (siehe Grundmessungen):

$$\Delta z_x = \sqrt{\Delta z_1^2 + \Delta z_2^2}$$

Man überlege, welche systematischen Messfehler bei dieser Absolutmethode auftreten können.

6. Ergänzungen:

6.1. Zählrohranordnung

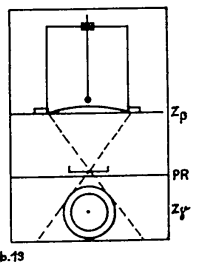


Abb.13

Z_β = Glockenzählrohr

PR = Präparat

Z_γ = γ -Zählrohr

Declassified in Part - Sanitized Copy Approved for Release @ 50-Yr 2013/09/12 : CIA-RDP81-01043R002300240007-9

Declassified in Part - Sanitized Copy Approved for Release @ 50-Yr 2013/09/12 : CIA-RDP81-01043R002300240007-9

6.2. Blockschaltschema

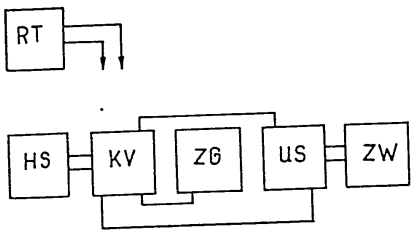


Abb.14

RT = Regeltransformator, HS = Hochspannungsgerät, KV = Koinsidenzverstärker, ZG = Zählrohrgehäuse, US = Untersetzer, ZW = Zählwerk.

Versuch P-12: Absolute Aktivitätsbestimmung mit dem 4π-Zählrohr

1. Aufgabenstellung:

Absolute Aktivitätsbestimmung eines Tl^{204}-Präparates mit dem 4π-Zählrohr.

2. Literatur: (2, 7, 21, 22)

3. Zubehör:

- 4π-Zählrohr mit Pumpstand
- 1 Hochspannungsgerät
- 1 Untersetzergerät mit Stoppuhr
- 1 Totzeitstufe
- 1 Messingschieber mit Tl^{204} auf sehr dünner Unterlage
- 1 Bedienungsanweisung für die gesamte 4π-Messanordnung

4. Einführung:

Bei einer Zählrohrmessung mit den üblichen Zählrohren gelangt nur ein kleiner Teil der vom Präparat ausgehenden Strahlung in das Zählrohr. Die Strahlung wird in der Luft und im Zählrohrfenster absorbiert. Diese Zählverluste können vermieden werden, wenn das Präparat direkt in das Zählrohr gebracht wird.

Die Zählrohre, die die gesamte vom Präparat ausgesandte Strahlung erfassen, heissen 4π-Zählrohre. Sie registrieren die Strahlung im vollen Raumwinkel 4π. Die Abb. 15 zeigt den prinzipiellen Aufbau des hier benutzten 4π-Zählrohres.

Das 4π-Zählrohr besteht aus einem Metallrohr (M), das durch einen Schieber (Sch) in zwei Halbzylinder geteilt ist. Jeder Halbzylinder ist als vollständiges Zählsystem (ZD = Zähldraht) ausgebildet. Das Präparat (P) liegt in

Declassified in Part - Sanitized Copy Approved for Release @ 50-Yr 2013/09/12 : CIA-RDP81-01043R002300240007-9

Declassified in Part - Sanitized Copy Approved for Release @ 50-Yr 2013/09/12 : CIA-RDP81-01043R002300240007-9

der Mitte zwischen den beiden Systemen in einer Ausbohrung des Schiebers auf einer dünnen Folie und strahlt direkt in das untere und obere Zählvolumen, so dass der gesamte Raumwinkel 4π erfasst wird. Zur Registrierung können die Systeme einzeln oder auch parallel verwendet werden. Sind beide Systeme parallel geschaltet, so besitzt dieses Zählrohr einen geometrischen Wirkungsgrad G = 1. Rückstreuung und Absorption treten nur an der dünnen Unterlage des Präparates auf. Ist bei einem Präparat die Selbstabsorption zu vernachlässigen und wird vom Zählgerät ohne Verlust jeder vom Zählrohr abgegebene Impuls registriert, so werden alle Teilchen, die das Präparat emittiert, gezählt.

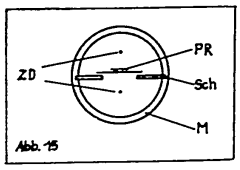


Abb. 15

Die Absorption in der Präparatunterlage kann durch Verwendung dünnster Folien so gering gehalten werden, dass sie bei energiereicher Strahlung zu vernachlässigen ist.

Wenn pro Atomzerfall mindestens ein ionisierendes Teilchen entsteht, gilt für die absolute Anzahl der Atomzerfälle N:

$$N = z_{ll}$$

(z_{ll} = Zählrate bei Parallelschaltung.)

Das Zerfallsschema des Tl^{204} zeigt die Abb. 11 (Versuch P-10). Die Häufigkeit des K-Einfanges ist mehrfach bestimmt worden. Der Mittelwert liegt bei 3 %. Die Selbstabsorption in den kleinen Kriställchen von 2 bis 3 μ Durchmesser, aus denen nach dem Eindampfen die aktive Schicht besteht, korrigieren MEYER-SCHÜTZMEISTER und VINCENT mit 1,2 %.

Die wahre Zerfallsrate:

$$N = z_{ll\ korr.}$$

5. Arbeitsanleitung:

Nachdem das auszumessende Präparat in das 4π -Zählrohr vorschriftsmässig (nach Bedienungsanweisung) eingebracht worden ist, und das 4π -Zählrohr ausgepumpt und gefüllt wurde, kann die Zählapparatur in Gang gebracht werden.

Die Zählung wird mit der Totzeitstufe vorgenommen, da sich hiermit eine definierte Totzeit und eine genaue Korrektur der Zählrate erreichen lassen und die Plateaus der Zählrohre besser werden. Gelangt ein Impuls aus dem Zählrohr auf die Totzeitstufe, so gibt dieser auf die Kathode des Zählrohres einen Impuls von 600 V, wodurch das Zählrohr ausser Betrieb gesetzt wird. Die Länge dieses Impulses kann mit dem Knopf "Totzeit" eingestellt werden. Es ist bei 5 m sec Totzeit zu zählen. Alle Messwerte müssen deshalb mit dem Totzeitfaktor für 5 m sec korrigiert werden. Der Impuls aus der Totzeitstufe wird auf einen Untersetzer gegeben und registriert.

Zunächst sollen die Zählrohrcharakteristiken der beiden Systeme einzeln und in Parallelschaltung aufgenommen werden. Die Arbeitsspannungen sowie Plateauanstiege sind zu ermitteln. Mit parallel geschaltetem System wird die Zählrate z_{ll} mindestens 5 mal auf 1 % Genauigkeit bestimmt.

Ist das Präparat bestimmt, wird das Zählrohr wieder nach Vorschrift geöffnet und ein leerer Präparatschieber eingeschoben. Das Zählrohr wird erneut ausgepumpt und gefüllt und der Nulleffekt bei der gleichen Arbeitsspannung bestimmt.

Nach diesen Messungen bleibt das Zählrohr mit der Gasfüllung stehen. Es ist darauf zu achten, dass bei Verlassen der Apparatur die Wasserkühlung und die Heizung sowie die Vakuumpumpe abgestellt sind. Die Vakuumpumpe muss unter 1 at Druck abgestellt werden. (Hahn H_1 richtige Stellung geben!)

Aus der Zählrate mit Präparat kann nach Abzug des Nulleff-

Declassified in Part - Sanitized Copy Approved for Release @ 50-Yr 2013/09/12 : CIA-RDP81-01043R002300240007-9

Declassified in Part - Sanitized Copy Approved for Release @ 50-Yr 2013/09/12 : CIA-RDP81-01043R002300240007-9

fektes und Berücksichtigung der Korrekturen die Anzahl der Atomserfälle N und somit die absolute Aktivität in CURIE-Einheiten (1 C = 3,7 . 10^{10} Atomzerfälle pro sec) angegeben werden.

Versuch P-13: Bestimmung von Dysprosium in Holmiumoxyd mit Hilfe der Aktivierungsanalyse

1. Aufgabenstellung:

   1.1. Bestimmung des Neutronenflusses der Ra-Be-Quelle.

   1.2. Bestimmung der prozentualen Verunreinigung von Ho mit Dy.
   1.2.1. Mit Hilfe der Absolutmethode.
   1.2.2. Mit Hilfe der Vergleichsmethode.

   1.3. Bestimmung der Halbwertzeiten von Dy und Ho aus den gemessenen Zerfallskurven.

2. Literatur: (7, 23)

3. Zubehör:

   1 Neutronenquelle (Ra-Be-Quelle)
   1 Dy-Präparat (Dysprosiumoxyd)
   1 Ho-Präparat (Holmiumoxyd)
   2 Zählrohrgehäuse mit Bleischutz und je einem Glockenzählrohr
   1 Untersetzergerät mit Zählwerk
   1 Hochspannungsgerät
   1 Stoppuhr

4. Einführung:

4.1. Allgemeines

Die Aktivierungsanalyse ist eine Methode der Radiochemie zur qualitativen und quantitativen Bestimmung unbekannter, in kleinsten Mengen (nicht mehr durch allgemeine Methoden erfassbar) vorhandener Elemente.

Die Methode beruht darauf, dass bestimmte inaktive Elemente bei Bestrahlung z. B. mit langsamen Neutronen radioaktiv und hierdurch, wegen der empfindlichen Nachweismethoden radioaktiver Isotope, sehr gut nachweisbar werden.

Declassified in Part - Sanitized Copy Approved for Release @ 50-Yr 2013/09/12 : CIA-RDP81-01043R002300240007-9

Declassified in Part - Sanitized Copy Approved for Release @ 50-Yr 2013/09/12 : CIA-RDP81-01043R002300240007-9

Die Anwendbarkeit der Methode setzt dabei voraus, dass die Umwandlungswahrscheinlichkeit (Wirkungsquerschnitt) gross ist, die Zerfallszeit des entstehenden radioaktiven Elementes nicht zu kurz und die emittierte Strahlung gut messbar ist.

Neben dem Hauptanwendungsgebiet, dem Nachweis von spurenhaften Verunreinigungen, wird die Aktivierungsanalyse u. a. angewendet, um mehrere Elemente nebeneinander in unzerstörten Proben zu unterscheiden, zur Bestimmung von Isotopenzusammensetzungen eines Elementes, zur Auswertung von Papierchromatogrammen.

Bringt man eine Probe geeigneter neutraler Atome in einen Fluss von langsamen Neutronen, so werden ständig künstlich radioaktive Kerne A^* gebildet. Die Zunahme dA^* der pro Zeiteinheit gebildeten radioaktiven Kerne beträgt

$$\frac{dA^*}{dt} = f \cdot \sigma \cdot A,$$

wobei f der Neutronenfluss pro cm^2 und sec, der durch die Probe hindurchgeht, σ der Wirkungsquerschnitt und A die Anzahl der neutralen Atome bedeuten.

Mit der Zunahme der aktiven Kerne A^* beginnen diese aber gleichzeitig mit der ihnen eigentümlichen Halbwertzeit zu zerfallen. Als Mass für die Geschwindigkeit dieser Abnahme ist die Zerfallskonstante λ eingeführt.

Die Zahl der pro Zeiteinheit durch Zerfall verschwindenden Kerne ist der Zahl der gerade vorhandenen aktiven Kerne A^* proportional. Für die gleichzeitige Abnahme aktiver Kerne ist das Produkt $\lambda \cdot A^*$ massgebend.

Die Geschwindigkeit $\frac{dA^*}{dt}$ der Zunahme der aktiven Kerne setzt sich aber gemäss Vorstehend aus zwei Anteilen zusammen:

$$\frac{dA^*}{dt} = f \sigma A - \lambda \cdot A^*.$$

Eine Integration über die Bestrahlungszeit ergibt nun A^*_Θ,

die Zahl der aktiven Kerne nach der Bestrahlungszeit Θ:

$$A^*_\Theta = \frac{f \sigma A \,(1 - e^{-\lambda\Theta})}{\lambda}.$$

Unmittelbar nach Ende der Bestrahlung ($\vartheta = 0$) ist die Aktivität der Probe

$$N_o = f \sigma A \,(1 - e^{-\lambda\Theta}).$$

Nach der Zeit ϑ vom Ende der Bestrahlung an gerechnet ist die Absolutaktivität nur noch

$$N_\vartheta = N_o \, e^{-\lambda\vartheta}.$$

Nach genügend langer Bestrahlung (einige Halbwertzeiten) wird ein Gleichgewicht zwischen Zerfall und Bildung aktiver Kerne erreicht. Von da an kann man die Aktivität nicht mehr erhöhen. Es ist "Sättigung" eingetreten.

Bestrahlungsdauer in Halbwertzeiten	Erreichter Bruchteil der Sättigungsaktivität
1/2 $T_{1/2}$	0,29
1 $T_{1/2}$	0,50
2 $T_{1/2}$	0,75
5 $T_{1/2}$	0,968
7 $T_{1/2}$	0,992
10 $T_{1/2}$	0,99902

Nach 7 Halbwertzeiten Bestrahlung ist demnach die Sättigungsaktivität bis auf etwa 1 % erreicht.

Im Falle der Sättigungsaktivierung gilt

$$N_o = f \sigma A$$

In dieser Aufgabe soll die Menge Dy bestimmt werden, die

Declassified in Part - Sanitized Copy Approved for Release @ 50-Yr 2013/09/12 : CIA-RDP81-01043R002300240007-9

Declassified in Part - Sanitized Copy Approved for Release @ 50-Yr 2013/09/12 : CIA-RDP81-01043R002300240007-9

in einem Ho-Präparat enthalten ist. Diese beiden seltenen Erden haben für einen Praktikumsversuch fast ideale Eigenschaften:

	Dy^{165}	Ho^{166}
$T_{1/2}$	139 min	27 h
σ	$7{,}25.10^{-24}cm^2$	$60.10^{-24}cm^2$
E_β^{max}	1,2 MeV	1,8 MeV

Ihre Werte für $T_{1/2}$ sind nicht zu kurz und nicht zu lang und unterscheiden sich gut messbar. Ihre Wirkungsquerschnitte und β-Energien sind relativ gross.

Es werden ein mit Dy verunreinigtes Ho-Präparat und zum Vergleich ein reines Dy-Präparat bestrahlt.

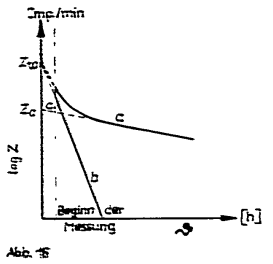


Abb. 16

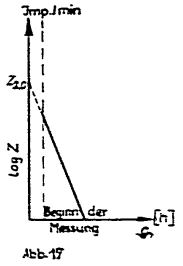


Abb. 17

Kurve a in Abb. 16 = gemessene Kurve

" b = Abfallskurve der kurzlebigen Komponente

" c = Abfallskurve der langlebigen Komponente

Die Abfallskurve eines mit einem anderen Stoff verunreinigten Präparates hat etwa das Aussehen der Abb. 16, diejenige eines reinen Präparates hat das Aussehen der Abb. 17.

Im vorliegenden Versuch ist die chemische Zusammensetzung des reinen Präparates: Dy_2O_3 und die des verunreinigten: Ho_2O_3.

4.2. Zur Bestimmung des Neutronenflusses f

Der Neutronenfluss f lässt sich nach

$$f = \frac{N_o}{\sigma \bar{A}_2}$$

bestimmen. Es müssen hierzu der Wirkungsquerschnitt σ, die Atomzahl $\bar{A}_2$ des aktivierten Stoffes und die Absolutaktivität N_o bekannt sein. Es wird die Kurve des reinen Dy-Präparates verwendet ($\hat{=}$ Abb. 17).

σ_{Dy} ist aus obiger Tabelle zu entnehmen, $\bar{A}_2$ bestimmt man aus dem angegebenen Gewicht des Dy_2O_3 und seinem Mol-Gewicht. Bei der Berechnung der Atomzahl $\bar{A}_2$ der aktivierbaren Dy-Atome muss berücksichtigt werden, dass nur 28,18 % Dy^{164} (das hier interessierende) im natürlichen Dy enthalten sind (deswegen $\bar{A}_2$ und nicht A_2!).

N_o wird aus der Gleichung gefunden (s. Versuch P-9)

$$z_{2,0} = \underline{N_{2,0}} \cdot G_2 \, \varepsilon_\beta \, f_M \, f_\tau \, f_S \, f_R \, f_A \, f_U$$

$z_{2,0}$ ist die auf $\vartheta = 0$ extrapolierte Zählrate des reinen Dy-Präparates.

Hierin sind für unsere Versuchsanordnung zu setzen:

$f_\tau = \varepsilon_\beta = f_M = f_U \approx 1$

$f_S = 0{,}95$

$f_R = 1{,}03 \pm 0{,}02$

$f_A = 0{,}95 \pm 0{,}03$ (Präparat dicht unter Zählrohrfenster!).

Declassified in Part - Sanitized Copy Approved for Release @ 50-Yr 2013/09/12 : CIA-RDP81-01043R002300240007-9

Declassified in Part - Sanitized Copy Approved for Release @ 50-Yr 2013/09/12 : CIA-RDP81-01043R002300240007-9

Der Geometriefaktor G_2 wird nach Messung der Entfernung Präparat - Zählrohr einer im Praktikum ausliegenden Kurve entnommen. (Die Ermittlung solcher Kurven nimmt viel Zeit in Anspruch, siehe Versuche P-9 und P-15.)

4.3. Zur Bestimmung der prozentualen Verunreinigung von Ho mit Dy

4.3.1. Zur Absolutmethode

Es soll die Verunreinigung im Ho_2O_3 aus der Zerfallskurve Abb. 16 bestimmt werden. Die Kurve c in Abb. 16 hat bei $\vartheta = 0$ den Wert $z_{1,0}$. Es gilt dann die Gleichung

$$z_{1,0} = N_1 \, G_1 \, \varepsilon_\beta \, f_M \, f_\tau f_S f_R \, f_A \, f_U$$

Für Bestrahlung bis zur Sättigungsaktivierung gilt

$$N_1 = f \, \sigma \, \bar{A}_1$$

und damit

$$\bar{A}_1 = \frac{N_1}{\sigma f} = \frac{1}{\sigma f} \cdot \frac{z_{1,0}}{G_1 \, \varepsilon_\beta \, f_M \, f_\tau f_S \, f_R \, f_A \, f_U}$$

G_1 ist wieder nach Messung der Entfernung Präparat - Zählrohr der ausliegenden Kurve (s. o.) zu bestimmen. (G_1 und G_2 entsprechen den beiden Messapparaturen.)

Die übrigen Faktoren haben dieselben Werte wie in 4.2. angegeben.

$\bar{A}_1$, die gefundene Anzahl der aktivierbaren Dy-Atome, ist wieder, wie in 4.2. beschrieben, auf die Gesamtzahl A_1 an Dy-Atomen zu korrigieren.

Zur Berechnung des %-Satzes an Dy-Atomen im Ho_2O_3 ist die Zahl der Ho-Atome zu ermitteln, unter Berücksichtigung der gefundenen Zahl von Dy-Atomen.

4.3.2. Zur Vergleichsmethode (Relativmethode)

Bei Anwendung der Relativmethode genügt es, wenn die Zählraten für Dy sowohl aus dem Standardpräparat (z_2) (100 % aller Zerf. sind Dy-Zerf.) als auch aus dem verunreinigten Ho_2O_3-Präparat (z_1) zu einem bestimmten Zeitpunkt bekannt sind.

Man nimmt einen Wert z_1 aus Kurve c der Abb. 16 zur Zeit ϑ und einen Wert z_2 aus der Standardkurve (Abb. 17) zur gleichen Zeit. Dann ist:

$$A_1 = A_2 \, \frac{z_1}{z_2},$$

wobei A_2 die Zahl aller Dy-Atome im Standardpräparat ist (Berechnung wie oben). In unserem Falle müssen z_1 und z_2 allerdings noch aufeinander korrigiert werden. Wir haben in zwei verschiedenen Apparaturen gemessen, also verschiedene Geometriefaktoren G_1 und G_2!!

$$A_1 = A_2 \, \frac{z_1}{z_2} \, \frac{G_2}{G_1}$$

(Die Ausmessung des Abstandes Präparat - Zählrohrfenster ist möglichst genau durchzuführen.) Aus diesem A_1 ist die unbekannte Dy-Menge einmal in "mg" und dann in Prozenten der Menge des Ho anzugeben. Bei grösserem Dy-Anteil muss dieser bei der Berechnung der Menge Ho im Ho_2O_3-Präparat berücksichtigt werden.

4.3.3. Zur Bestimmung der Halbwertzeiten von Dy^{165} und Ho^{166}

Die auf $\vartheta = 0$ extrapolierte Kurve c in Abb. 16(Ho-Zerfallskurve) zieht man von der Gesamtkurve a ab und erhält die Dy-Zerfallskurve. Aus beiden ermittelt man die Zeiten, nach denen die Zählrate auf die Hälfte abgesunken ist ($T_{1/2}$). Man vergleiche mit dem $T_{1/2}$ aus der reinen Dysprosium-Zerfallskurve und den Literaturwerten.

Declassified in Part - Sanitized Copy Approved for Release @ 50-Yr 2013/09/12 : CIA-RDP81-01043R002300240007-9

Declassified in Part - Sanitized Copy Approved for Release @ 50-Yr 2013/09/12 : CIA-RDP81-01043R002300240007-9

5. Arbeitsanleitung:

Das Dysprosium und Holmium befinden sich auf Plexiglastellern als Dy_2O_3 und Ho_2O_3. Sie sind möglichst gleichmässig aufgebracht und mit einer dünnen Zaponlackhaut befestigt. Sie werden gleichzeitig in den Neutronenstrom gebracht. Dazu zieht man den Schieber aus der Abschirmung der Neutronenquelle (N.Q.) heraus, legt die Plexiglasteller fest ein (leicht andrücken) und schiebt die Führung langsam ein. Uhrzeit festhalten (Beginn der Aktivierung).

Die Dauer der Bestrahlung richtet sich in erster Linie nach den entsprechenden Halbwertzeiten und der gewünschten Aktivität. Für Dy^{165} ist $T_{1/2}$ = 139 min und für Ho^{166} $T_{1/2}$ = 27 h. Bestrahlt man beide Proben etwa einen Tag, so ist für Dy^{165} praktisch Sättigungsaktivität erreicht; das Ho^{166} ist aber erst auf die Hälfte der Sättigungsaktivität angewachsen. Die Proben werden mindestens 1 Tag vor Beginn des Praktikumsversuchs eingelegt.

Am Tage des Praktikums wird zuerst die Zählvorrichtung zählbereit gemacht:

a) Hochspannung mindestens eine halbe Stunde vor Messbeginn einschalten!

b) Nullwerte der beiden Anordnungen messen!

c) Kontrollmessungen mit Uranstandard an beiden Anordnungen!

Erst wenn a, b und c erledigt sind, werden die Präparate vorsichtig aus der Neutronenquelle herausgezogen. Die Uhrzeit notieren(Ende der Aktivierung! ϑ = 0!)! Sie werden mit Zangen von der Führung abgehoben, möglichst schnell zur vorbereiteten Zählanordnung gebracht und mit der Messung wird begonnen (jedoch nicht übereilen!)

Die Zerfallskurven z = f (ϑ) werden nun aufgenommen (halblog. Papier verwenden!).

Dy-Präparat: Messungen in Abständen von 10 min (etwa 1 Stunde lang), dann grössere Abstände wählen! Als Messzeit ϑ auf der Abszisse ist die mittlere Zeit der Einzelmessung einzutragen.

Ho-Präparat: Messungen in Abständen von 20 min (anfangs auch 10 min) während des ersten Vormittags.

Damit man im Ho-Präparat schliesslich noch den reinen Anteil der Ho-Strahlung misst, muss man etwa noch 1 Tag warten, bis Dy^{165} ganz abgeklungen ist. Am nächsten Tag wird das Ho-Präparat weiter gemessen in Abständen von 1 h. Man erhält eine ähnliche Kurve wie die Kurve a in Abb. 16.

Die Auswertung der Abfallskurven erfolgt in der unter 4.2. bis 4.4. angegebenen Weise.

Dabei soll versucht werden, eine grobe Fehlerabschätzung für den ermittelten Wert von f zu geben.

6. Ergänzungen:

6.1. Kontrollmessungen

Während der Messungen an beiden Präparaten ist es erforderlich nachzuprüfen, ob die beiden Zählrohranordnungen ihre Empfindlichkeit konstant halten! Diese Prüfung nimmt man mit einem Uranpräparat vor. Messungen in gleichem Abstand des Uranpräparates vom Zählrohr müssten immer gleiche Zählraten ergeben. Schwankungen korrigiert man auf den Wert, der am häufigsten gemessen ist. (Etwa jede Stunde eine Messung mit dem Uranpräparat ausführen!)

Während der Messung mit beiden Präparaten müssen diese in der einmal festgesetzten Lage bleiben. Sie werden am besten zwischen den einzelnen Messungen unter dem Zählrohr gelassen. Zur Schonung des Zählrohres schaltet man die Spannung ab (abgeschirmtes Kabel gleich nach Beendigung einer Messung aus dem Untersetzer herausziehen und kurz vor Beginn der nächsten Messung wieder hineinstecken).

Declassified in Part - Sanitized Copy Approved for Release @ 50-Yr 2013/09/12 : CIA-RDP81-01043R002300240007-9

Declassified in Part - Sanitized Copy Approved for Release @ 50-Yr 2013/09/12 : CIA-RDP81-01043R002300240007-9

Bei den Kontrollmessungen mit Uran werden die Präparate vorsichtig herausgezogen. Bei Messbeginn ($\vartheta = 0$) werden sie so markiert, dass sie beim Wiedereinschieben genau in gleiche Lage kommen wie vorher. Auch auf genau gleiche Lage der Schieber ist zu achten! Ständig kontrollieren, ob bei Bewegen des Zählrohr-Anschlusskabels sich das Zählrohr nicht etwa mitbewegt! (Veränderung des Geometriefaktors bringt Fehler in die Messung).

Versuch P-14: Der Szintillationszähler

1. Aufgabenstellung:

   1.1. Prüfung der Spannungsabhängigkeit der Lichtempfindlichkeit des PSEV (integrierende Messung mit dem Szintillationszähler).

   1.2. Abhängigkeit des thermischen Rauscheffektes von der PSEV-Spannung und der Verstärkereinstellung.

   1.3. Aufnahme von Spannungscharakteristiken des Szintillationszählers mit verschiedenen Szintillatoren und verschiedenen radioaktiven Präparaten.

2. Literatur: (2, 3, 24, 25, 26)

3. Zubehör:

   1 Regeltrafo
   1 Hochspannungsgerät (röhrenstabilisiert)
   1 Siebkette
   1 Verstärker mit Oszillograph
   1 Untersetzer (duadisch)
   1 Zählwerk
   1 Galvanometer
   1 Photosekundärelektronenvervielfacher (PSEV)
   1 Spannungsteiler mit Fassung für PSEV
   1 Gehäuse für PSEV
   1 Präparatwechsler
   1 Lichtleiter
   1 Fassung für Lichtleiter
   1 Zinksulfid-Leuchtschirm (5 mg/cm^2 ZnS-Ag) in Fassung
   1 Anthracen-Leuchtschirm (ca. 0,2 mm stark) in Fassung
   1 Stilben-Leuchtschirm (ca. 0,5 mm stark) in Fassung
   1 Plastmasse-Szintillator (P 5) Pyren in Polystyrol, 5 mm hoch 33 mm Ø; in Fassung

Declassified in Part - Sanitized Copy Approved for Release @ 50-Yr 2013/09/12 : CIA-RDP81-01043R002300240007-9

Declassified in Part - Sanitized Copy Approved for Release @ 50-Yr 2013/09/12 : CIA-RDP81-01043R002300240007-9

1 Plastmasse-Szintillator Pyren in Polystyrol (P 33) 33 mm hoch, 33 mm ∅
1 KJ-Kristall mit Tl aktiviert 33 mm ∅, 32 mm hoch
1 Fassung F33 für Szintillator P33 und KJ-Kristall
1 Co^{60}-Präparat ca. 0,1 µC
2 Tl^{204}-Präparate ca. 4 µC und ca. 0,1 µC
1 Uranoxydpräparat
1 Al-Absorber
1 Stoppuhr

4. Einführung:

Organische oder anorganische Luminophore werden nicht nur durch Licht zur Lumineszenz angeregt, sondern auch durch radioaktive Strahlung.

Jedes Quant oder Teilchen erzeugt in Wechselwirkung mit dem Szintillator Photonen, deren Zahl sowohl von der Güte des Szintillators als auch von der Art des Teilchens und seiner an den Szintillator abgegebenen Energie abhängt. Die durch ein Teilchen oder Quant erzeugten Photonen summieren sich zu einem Lichtblitz (Szintillation). Nur in wenigen, besonders günstigen Fällen sind diese einzelnen Szintillationen noch mit dem Auge zu erkennen. Zu ihrer Registrierung benötigt man einen Photosekundärelektronenvervielfacher (PSEV) und in den meisten Fällen noch einen Impulsverstärker. Der PSEV ist im Prinzip eine Photozelle, in der die aus der Photokathode ausgelösten Photoelektronen durch den Effekt der Sekundärelektronenemission um den Faktor 10^6 bis 10^8 und mehr vervielfacht werden. Man beschleunigt die Photoelektronen durch Anlegen einer Spannung und lässt sie auf eine Antikathode aus geeignetem Material auftreffen. Dabei werden pro auftreffendes Elektron mehrere Sekundärelektronen gebildet, die wiederum durch ein Potentialgefälle beschleunigt werden und aus einer weiteren Antikathode neue Sekundärelektronen herausschlagen. Dieser Vorgang wird im Photosekundärelektronenvervielfacher noch mehrmals (8-10 mal) wiederholt, bis aus dem durch eine Szintillation an der Photokathode erzeugten unmessbar kleinen Strom ein messbarer Stromimpuls am Ausgang des PSEV geworden ist.

Die Empfindlichkeit des PSEV kann durch die Spannung zwischen den einzelnen Elektroden variiert werden. Sie lässt sich jedoch nicht beliebig erhöhen. Auch wenn kein Licht auf die Photokathode des PSEV fällt, werden aus dieser sowie aus den Prallelektroden thermische Elektronen ausgelöst, die in gleicher Weise wie die durch Lichtquanten ausgelösten Photoelektronen durch das Vervielfachersystem vervielfacht werden und am Ausgang des PSEV schwache, aber noch messbare, Stromimpulse liefern. Durch diesen "Rauscheffekt", der durch Kühlung etwas herabgesetzt werden kann, wird die Empfindlichkeit des PSEV für Szintillationen begrenzt. Es können nur die Szintillationen registriert werden, die aus der Photokathode genügend Photoelektronen auslösen, so dass sich der entsprechende Stromimpuls am Ausgang des PSEV deutlich von den Rauschimpulsen abhebt.

Eine hohe Messempfindlichkeit des Szintillationszählers ist vor allem dadurch zu erzielen, dass man Szintillatoren verwendet, die viel der absorbierten Energie in Licht umwandeln (gute Lichtausbeute) und dafür sorgt, dass ein möglichst grosser Teil des emittierten Lichtes auf die Photokathode gelangt.

Durch Art und Form der Szintillatoren kann man den Szintillationszähler an die verschiedenen Messbedingungen anpassen.

Sollen z. B. α -Teilchen neben ß- und γ -Strahlung nachgewiesen werden, so verwendet man sehr dünne Schirme (ZnS-Ag, 5 mg/cm^2). In diesen geben die α -Teilchen ihre Energie vollständig ab. Dagegen werden ß- und γ -Strahlen so gut wie gar nicht absorbiert und deshalb auch nicht registriert. Zum Nachweis von ß-Strahlung muss man, je nach Energie der Strahlung, dickere Schirme verwenden (0,2 - 5 mm). Hierfür sind vor allem organische Szintillatoren wie Kristalle aus Anthracen bzw. Stilben oder Lösungen organischer lumi-

Declassified in Part - Sanitized Copy Approved for Release @ 50-Yr 2013/09/12 : CIA-RDP81-01043R002300240007-9

Declassified in Part - Sanitized Copy Approved for Release @ 50-Yr 2013/09/12 : CIA-RDP81-01043R002300240007-9

neszierender Substanzen in Xylol, Toluol oder Polystyrol geeignet. Infolge der geringen Dichte dieser Substanzen wird in ihnen γ-Strahlung nur relativ schwach absorbiert.

Zur Registrierung der γ-Strahlung verwendet man grosse Szintillatoren von hoher Dichte, damit ein möglichst grosser Teil der Strahlung in ihnen absorbiert wird. Bewährt haben sich besonders Kristalle aus Natriumjodid, die mit Thallium aktiviert werden. Da diese stark hygroskopisch sind, müssen sie gegen Feuchtigkeit geschützt werden. Kaliumjodidkristalle sind zwar weniger hygroskopisch, haben aber ein geringeres Lumineszenzvermögen als NaJ-Tl. Ausserdem stört bei ihnen die ß-Strahlung des natürlichen Kaliumisotopes K^{40}.

5. Arbeitsanleitung:

5.1. Prüfung der Spannungsabhängigkeit der Lichtempfindlichkeit des PSEV

Der Szintillator P 5 wird, wie in Abschnitt 6.3. Ergänzungen beschrieben, in den Szintillationszähler eingesetzt und das Präparat 4 µC Tl^{204} unter den Szintillator geschoben. Präparat und Szintillator bilden eine Lichtquelle konstanter Intensität, mit der die Empfindlichkeits-Spannungscharakteristik des PSEV aufgenommen wird. Die Schaltung ist im Blockschema Abb.18 (6.1.) angegeben. Damit das Galvanometer nicht auf Hochspannung liegt, muss die Anode des PSEV (+ Pol) geerdet werden. Es wird mit höchster Galvanometerempfindlichkeit gemessen. Bei abgeschalteter Spannung ist vorher am Galvanometer der Nullpunkt einzustellen. Die Charakteristik wird bis zu einer Spannung von 1100 Volt (je nach verwendetem PSEV) aufgenommen. Dabei wird die Spannung um jeweils 50 Volt gesteigert und nach jeder Einstellung ca. 3 Minuten bis zur Ablesung des Galvanometerausschlages gewartet. Ausserdem wird bei jeder Spannung der Galvanometerausschlag abgelesen, der sich einstellt, wenn sich kein Präparat unter dem Szintillator befindet (Dunkelstrom); dieser wird vom Messwert abgezogen. Die so gefundenen Werte sind ein Mass für die Empfindlichkeit des PSEV. Die Spannungsabhängigkeit der Empfindlichkeit ist auf einfach logarithmisch geteiltem Millimeterpapier (Nr. 495) darzustellen (Spannung auf der linearen Skala auftragen).

5.2. Abhängigkeit des thermischen Rauscheffektes von der PSEV-Spannung und der Verstärkereinstellung

Der Szintillationszähler wird ohne Szintillator in den Präparatwechsler eingesetzt. Hierzu ist die Szintillatorfassung F 33 auf das Gehäuse aufzuschrauben.

Die Schaltung des PSEV ist im Blockschema Abb.19 (6.2.) angegeben. Bei dieser Messung muss die Photokathode (negativer Pol) auf Erdpotential gelegt werden, da sonst schon bei relativ niedrigen Spannungen an der Anode des PSEV Störimpulse auftreten, die einen erhöhten Nulleffekt oder ein "Rauschen" vortäuschen. Die besondere Siebkette dient dazu, eine schwache, der Hochspannung überlagerte Wechselspannung zu beseitigen. Diese hat zwar auf die einzelnen Messungen keinen Einfluss, stört aber die Beobachtung der Impulse am Oszillographen. Der Verstärker am Oszillographen (y-Amplitude) wird auf 1:1 (höchste Verstärkung) eingestellt. Am Untersetzer wird der direkte Eingang benutzt. Die Spannung am PSEV wird um jeweils 50 V erhöht und die Zahl der Imp./min gezählt. Bei niedrigen Spannungen ist die Zählrate Null. (Eventuell auftretende Impulse rühren von Netzstörungen her.) Bei einer bestimmten Spannung setzt das Rauschen ein. Die Spannung am PSEV wird nicht weiter erhöht, wenn die Zählrate mehr als 30 000 Imp./min beträgt. Man überzeuge sich, dass das Einsetzen des Rauschens nicht allein von der Spannung am PSEV, sondern auch von der Verstärkereinstellung abhängt (Verstärker am Oszillographen auf 1:3 einstellen und Einsatzspannung für das Rauschen feststellen). Die Charakteristiken in Aufgabe 5.3. werden

Declassified in Part - Sanitized Copy Approved for Release @ 50-Yr 2013/09/12 : CIA-RDP81-01043R002300240007-9

Declassified in Part - Sanitized Copy Approved for Release @ 50-Yr 2013/09/12 : CIA-RDP81-01043R002300240007-9

nur bis zur Spannung aufgenommen, bei der das Rauschen weniger als 200 Imp./min beträgt.

5.3. Aufnahme von Spannungscharakteristiken des Szintillationszählers mit verschiedenen Szintillatoren und verschiedenen radioaktiven Präparaten

Schaltung wie bei 5.2., Verstärker am Oszillographen auf 1:3 einstellen! (Der Verstärkungsgrad des verwendeten Verstärkers hängt recht stark von der Netzspannung ab. Diese muss daher während der Messreihe mit Hilfe des Regeltrafos auf 220 Volt gehalten werden.)

Die Aufnahme der Spannungscharakteristik geschieht in der gleichen Weise wie beim Zählrohr. Im Gegensatz zur Zählrohrcharakteristik ist die Charakteristik des Szintillationszählers aus den oben genannten Gründen abhängig von der Art und Form des Szintillators und von der Art und Energie der Strahlung. Die Zählraten werden jeweils eine Minute gemessen. Nach jeder Spannungseinstellung wird ca. 3 Minuten bis zur ersten Messung gewartet. Dann werden die Messungen mit den verschiedenen Präparaten:

0,1 µC Tl^{204}
0,1 µC Co^{60} und
0,1 µC Co^{60} (ß-Strahlung mit 1 mm Al-Absorber ausgeblendet)

hintereinander und bei der gleichen PSEV-Spannung durchgeführt. Desgleichen wird der Nulleffekt bestimmt. Die Spannung am PSEV wird jeweils um 50 V erhöht bis zu dem Wert, bei der der Rauscheffekt (siehe 5.2.) ca. 200 Imp./min übersteigt.

Die Charakteristiken sind unter Verwendung folgender Szintillatoren aufzunehmen:

Zn-Kristall mit Thallium aktiviert (hier ist infolge der K^{40}-ß-Strahlung ein hoher Nulleffekt zu erwarten),
Plastmasse-Szintillator P 55 (Pyren in Polystyrol),

Plastmasse-Szintillator P 5 (Pyren in Polystyrol),
Stilben-Schirm und
Anthracen-Schirm.

Der Zinksulfidschirm ist so dünn, dass weder ß- noch γ - Strahlen mit ihm registriert werden. Man verwende ihn zum Nachweis der α -Teilchen des Uranoxydpräparates und nehme die Charakteristik auf.

Von allen Zählraten ist stets der Nulleffekt abzuziehen.

Die Charakteristiken für die

Tl^{204}-ß-Strahlung
Co^{60}-γ-Strahlung (Co-Präparat + Al-Absorber)
Co^{60}- ß-Strahlung (Zählrate des Co-Präparates minus Zählrate des gleichen Präparates mit Al-Absorber)
Uran-α-Strahlung

sind jeweils auf ein Blatt log. geteiltem Millimeterpapier (Nr. 495) einzutragen.

Die Ergebnisse sind zu diskutieren.

6. Ergänzungen:

6.1. Blockschaltschema für integrierende Messungen (Abb.18) zu Aufgabe 5.1.

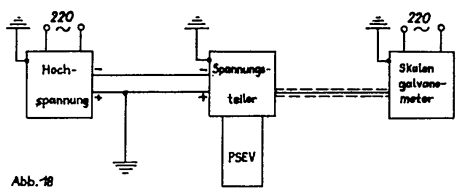


Abb.18

Declassified in Part - Sanitized Copy Approved for Release @ 50-Yr 2013/09/12 : CIA-RDP81-01043R002300240007-9

Declassified in Part - Sanitized Copy Approved for Release @ 50-Yr 2013/09/12 : CIA-RDP81-01043R002300240007-9

nur bis zur Spannung aufgenommen, bei der das Rauschen weniger als 200 Imp./min beträgt.

5.3. Aufnahme von Spannungscharakteristiken des Szintillationszählers mit verschiedenen Szintillatoren und verschiedenen radioaktiven Präparaten

Schaltung wie bei 5.2., Verstärker am Oszillographen auf 1:3 einstellen! (Der Verstärkungsgrad des verwendeten Verstärkers hängt recht stark von der Netzspannung ab. Diese muss daher während der Messreihe mit Hilfe des Regeltrafos auf 220 Volt gehalten werden.)

Die Aufnahme der Spannungscharakteristik geschieht in der gleichen Weise wie beim Zählrohr. Im Gegensatz zur Zählrohrcharakteristik ist die Charakteristik des Szintillationszählers aus den oben genannten Gründen abhängig von der Art und Form des Szintillators und von der Art und Energie der Strahlung. Die Zählraten werden jeweils eine Minute gemessen. Nach jeder Spannungseinstellung wird ca. 3 Minuten bis zur ersten Messung gewartet. Dann werden die Messungen mit den verschiedenen Präparaten:

0,1 µC Tl^{204}
0,1 µC Co^{60} und
0,1 µC Co^{60} (ß-Strahlung mit 1 mm Al-Absorber ausgeblendet)

hintereinander und bei der gleichen PSEV-Spannung durchgeführt. Desgleichen wird der Nulleffekt bestimmt. Die Spannung am PSEV wird jeweils um 50 V erhöht bis zu dem Wert, bei dem der Rauscheffekt (siehe 5.2.) ca. 200 Imp./min überstieg.

Die Charakteristiken sind unter Verwendung folgender Szintillatoren aufzunehmen:

KJ-Kristall mit Thallium aktiviert (hier ist infolge der K^{40}-ß-Strahlung ein hoher Nulleffekt zu erwarten),
Plastmasse-Szintillator P 33 (Pyren in Polystyrol),

Plastmasse-Szintillator P 5 (Pyren in Polystyrol),
Stilben-Schirm und
Anthracen-Schirm.

Der Zinksulfidschirm ist so dünn, dass weder ß- noch γ-Strahlen mit ihm registriert werden. Man verwende ihn zum Nachweis der α-Teilchen des Uranoxydpräparates und nehme die Charakteristik auf.

Von allen Zählraten ist stets der Nulleffekt abzuziehen.

Die Charakteristiken für die

Tl^{204}-ß-Strahlung
Co^{60}-γ-Strahlung (Co-Präparat + Al-Absorber)
Co^{60}- ß-Strahlung (Zählrate des Co-Präparates minus Zählrate des gleichen Präparates mit Al-Absorber)
Uran-α-Strahlung

sind jeweils auf ein Blatt log. geteiltem Millimeterpapier (Nr. 495) einzutragen.

Die Ergebnisse sind zu diskutieren.

6. Ergänzungen:

6.1. Blockschaltschema für integrierende Messungen (Abb.18) zu Aufgabe 5.1.

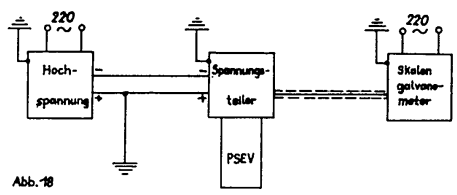


Abb. 18

Declassified in Part - Sanitized Copy Approved for Release @ 50-Yr 2013/09/12 : CIA-RDP81-01043R002300240007-9

Declassified in Part - Sanitized Copy Approved for Release @ 50-Yr 2013/09/12 : CIA-RDP81-01043R002300240007-9

6.2. Blockschaltschema für Einzelteilchenzählung (Abb. 19) (Aufgabe 5.2. und 5.3.)

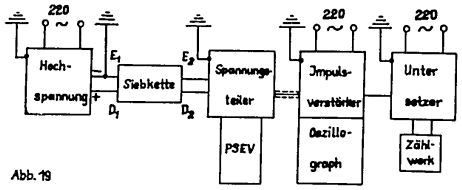


Abb. 19

6.3. Schaltung und Aufbau des Szintillationszählers

Die gleichmässige Verteilung der Spannung auf die einzelnen Stufen des PSEV geschieht durch einen Spannungsteiler (Schaltung Abb.20).

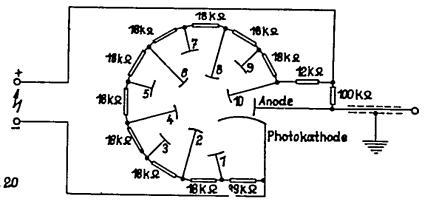


Abb. 20

Der PSEV wird in die Fassung auf dem Gehäuse des Spannungsteilers gesteckt. Da die einzelnen Szintillatoren schwer an die gewölbte Photokathode des PSEV anzupassen sind, wird auf die Photokathode ein Lichtleiter aus Polystyrol aufgesetzt und mit Paraffinöl für guten optischen Kontakt gesorgt. Man füllt die hohle Seite des Lichtleiters mit Paraffinöl und setzt diese so auf die Photokathode, dass sich keine Luftblase zwischen Photokathode und Lichtleiter bildet. Nach dem Aufsetzen des Lichtleiters wird das PSEV-Gehäuse über den PSEV gestülpt und durch den Bajonettverschluss mit dem Spannungsteilergehäuse verbunden. Der Lichtleiter füllt die obere Öffnung des Gehäuses gerade aus und wird mit Hilfe eines Überwurfringes angedrückt. Auf die ebene Fläche des Lichtleiters werden die grösseren Szintillatoren (KJ-Kristall bzw. Plastmasseszintillator P 33) aufgesetzt, wobei mit einem Tropfen Paraffinöl für guten optischen Kontakt gesorgt wird. Danach wird die Fassung (F 33) auf das Gehäuse aufgeschraubt, die den Szintillator an den Lichtleiter andrückt und zugleich als Reflektor wirkt. Die dünneren Szintillationsschirme sind in Fassungen eingekittet, die auf das Gehäuse aufgeschraubt werden. Der Szintillationszähler wird in einen Präparatwechsler eingesetzt. Dieser ermöglicht es, die Präparate in eine definierte Lage unter den Szintillator zu bringen. Dies ist besonders wichtig bei der Registrierung von α-Teilchen, da schon dünne Absorberschichten (0,3 - 1 mg/cm^2), also geringe Abstandsänderungen zwischen Präparat und Szintillator die Zählrate wesentlich beeinflussen würden. Szintillator und PSEV sind gut gegen Aussenlicht abgeschirmt.

Declassified in Part - Sanitized Copy Approved for Release @ 50-Yr 2013/09/12 : CIA-RDP81-01043R002300240007-9

Declassified in Part - Sanitized Copy Approved for Release @ 50-Yr 2013/09/12 : CIA-RDP81-01043R002300240007-9

Versuch P-15: Alphastrahlmessungen mit dem Szintillationszähler

1. Aufgabenstellung:

1.1. Ermittlung der zur Registrierung von α-Teilchen günstigsten Flächendichte eines ZnS-Ag-Leuchtschirmes.

1.2. Messung der Absorption von α-Teilchen in Zaponlack.

1.3. Messung der Reichweite von α-Teilchen in Luft.

2. Literatur (2, 3, 24)

3. Geräte

1 Regeltransformator
1 Hochspannungsgerät
1 Photokathodenelektronenvervielfacher (PSEV)
1 Spannungsteiler mit Fassung für PSEV
1 Gehäuse für PSEV mit Präparat- und Leuchtschirmhalter
1 Impulsverstärker mit Oszillograph
1 Impulszähler Untersatz
1 mechanisches Zählwerk
1 Stoppuhr
1 Präparat α-Strahl-Präparat
1 Satz Leuchtschirme (ZnS-Ag) verschiedener Flächendichte
1 Satz absorbierender Zaponlack verschiedener Flächendichte

4. Durchführung

α-Teilchen erzeugen in einem geeigneten Leuchtschirm Lichtblitze, die über einen Sekundärelektronenvervielfa-

cher, in Stromimpulse umgesetzt, schliesslich mit Untersetzer und Zählwerk gezählt werden können. Als Leuchtstoff eignet sich z. B. sehr gut mit Silber aktiviertes Zinksulfid (ZnS-Ag), welches als feines kristallines Pulver im Handel erhältlich ist. Es wird in reinem Wasser auf einen Glasträger sedimentiert und bleibt nach dem Trocknen auf dem Träger haften. Bei der Wahl der Schichtdicke ist zu berücksichtigen, dass bei sehr dünnen Schichten die α-Teilchen im Leuchtschirm nicht die volle Energie abgeben können (Impulse werden zu klein) und dass bei zu dicken Leuchtstoffschichten ein Teil des Lumineszenzlichtes vom Leuchtstoff selbst wieder absorbiert wird (Impulse werden kleiner als nach der absorbierten Energie der α-Teilchen zu erwarten ist).

5. Arbeitsanleitung:

5.1. Ermittlung der zur Registrierung von α-Teilchen günstigsten Flächendichte eines ZnS-Ag-Leuchtschirmes

Nachdem die PSEV-Anordnung vorschriftsmässig (siehe 6. Ergänzungen) in Betrieb genommen wurde, werden ZnS-Ag-Leuchtschirme verschiedener Schichtdicke (1 - 12 mg/cm^2) in die Vertiefung des oberen Schiebers gelegt und zwischen die Photokathode des PSEV und das α-Strahl-Präparat geschoben.

Es wird die Zahl der Impulse pro Minute gemessen, die das gleiche Präparat mit den einzelnen Leuchtschirmen gibt (Messzeit je 10 Minuten). Die Zählrate ist als Funktion der Flächendichte (mg/cm^2) des Leuchtstoffes graphisch darzustellen.

Der für weitere Messungen günstigste Leuchtschirm (höchste Zählrate) ist anzugeben.

5.2. Messung der Absorption von α-Teilchen in Zaponlack

Die Zaponlackfolien werden nacheinander in die Vertiefung des unteren Schiebers gelegt und zwischen Präparat und

Declassified in Part - Sanitized Copy Approved for Release @ 50-Yr 2013/09/12 : CIA-RDP81-01043R002300240007-9

Declassified in Part - Sanitized Copy Approved for Release @ 50-Yr 2013/09/12 : CIA-RDP81-01043R002300240007-9

Versuch P-15: Alphastrahlmessungen mit dem Szintillationszähler

1. Aufgabenstellung:

1.1. Ermittlung der zur Registrierung von α-Teilchen günstigsten Flächendichte eines ZnS-Ag-Leuchtschirmes.

1.2. Messung der Absorption von α-Teilchen in Zaponlack.

1.3. Messung der Reichweite von α-Teilchen in Luft.

2. Literatur: (2, 3, 24)

3. Zubehör:

1 Regeltransformator
1 Hochspannungsgerät
1 Photosekundärelektronenvervielfacher (PSEV)
1 Spannungsteiler mit Fassung für PSEV
1 Gehäuse für PSEV mit Präparat- und Leuchtschirmhalter
1 Impulsverstärker mit Oszillograph
1 Duadischer Untersetzer
1 mechanisches Zählwerk
1 Stoppuhr
1 offenes α-Strahl-Präparat
1 Satz Leuchtschirme (ZnS-Ag) verschiedener Flächendichte
1 Satz Absorberfolien aus Zaponlack verschiedener Flächendichte

4. Einführung:

α-Teilchen erzeugen in einem geeigneten Leuchtschirm Lichtblitze, die über einen Sekundärelektronenvervielfacher, in Stromimpulse umgesetzt, schliesslich mit Untersetzer und Zählwerk gezählt werden können. Als Leuchtstoff eignet sich z. B. sehr gut mit Silber aktiviertes Zinksulfid (ZnS-Ag), welches als feines kristallines Pulver im Handel erhältlich ist. Es wird in reinem Wasser auf einen Glasträger sedimentiert und bleibt nach dem Trocknen auf dem Träger haften. Bei der Wahl der Schichtdicke ist zu berücksichtigen, dass bei sehr dünnen Schichten die α-Teilchen im Leuchtschirm nicht die volle Energie abgeben können (Impulse werden zu klein) und dass bei zu dicken Leuchtstoffschichten ein Teil des Lumineszenzlichtes vom Leuchtstoff selbst wieder absorbiert wird (Impulse werden kleiner als nach der absorbierten Energie der α-Teilchen zu erwarten ist).

5. Arbeitsanleitung:

5.1. Ermittlung der zur Registrierung von α-Teilchen günstigsten Flächendichte eines ZnS-Ag-Leuchtschirmes

Nachdem die PSEV-Anordnung vorschriftsmässig (siehe 6. Ergänzungen) in Betrieb genommen wurde, werden ZnS-Ag-Leuchtschirme verschiedener Schichtdicke (1 - 12 mg/cm^2) in die Vertiefung des oberen Schiebers gelegt und zwischen die Photokathode des PSEV und das α-Strahl-Präparat geschoben.

Es wird die Zahl der Impulse pro Minute gemessen, die das gleiche Präparat mit den einzelnen Leuchtschirmen gibt (Messzeit je 10 Minuten). Die Zählrate ist als Funktion der Flächendichte (mg/cm^2) des Leuchtstoffes graphisch darzustellen.

Der für weitere Messungen günstigste Leuchtschirm (höchste Zählrate) ist anzugeben.

5.2. Messung der Absorption von α-Teilchen in Zaponlack

Die Zaponlackfolien werden nacheinander in die Vertiefung des unteren Schiebers gelegt und zwischen Präparat und

Declassified in Part - Sanitized Copy Approved for Release @ 50-Yr 2013/09/12 : CIA-RDP81-01043R002300240007-9

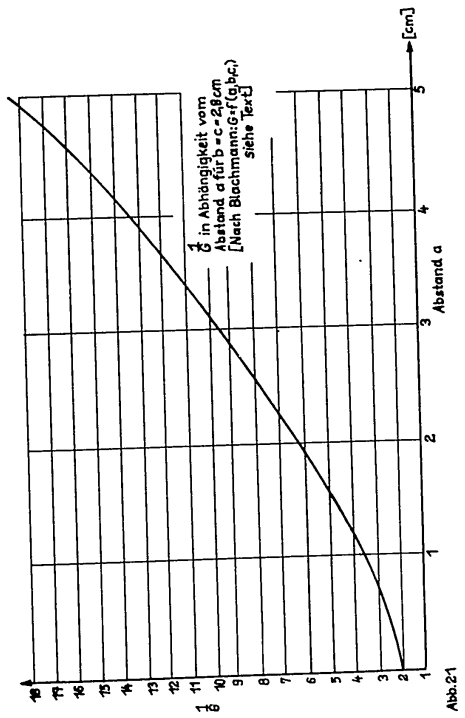
Declassified in Part - Sanitized Copy Approved for Release @ 50-Yr 2013/09/12 : CIA-RDP81-01043R002300240007-9

günstigsten Leuchtschirm geschoben. Die Zählraten werden bestimmt. (Messdauer je Folie etwa 10 Minuten.) Die Abhängigkeit der Zählrate von der Flächendichte der Zaponlackfolie wird graphisch aufgetragen. Man erhält auf diese Weise die Absorptionskurve von Zaponlack für die α -Teilchen.

5.3. Messung der Reichweite von α -Teilchen in Luft

Um die Reichweite von α -Teilchen in Luft zu ermitteln, wird das α -Teilchen emittierende Präparat in verschiedene Abstände vom Leuchtschirm gebracht und jedesmal die Zählrate bestimmt. Der Abstand des Präparates vom Leuchtschirm wird durch Verstellen des Stempels, der das Präparat trägt, verändert. (Vorsicht! Nur rot markierte Rändelschraube lösen!) Die am Stiel des Stempels angebrachte Skala gibt an der Stelle, an der sie im Gehäuse verschwindet, den Abstand des Präparates vom Leuchtschirm in cm an. Die Zählrate ist in Abhängigkeit vom Präparatabstand graphisch darzustellen. Da die Anzahl der pro Minute gezählten Teilchen nicht nur von der Reichweite der α -Teilchen abhängt sondern auch noch von der Geometrie der Anordnung, müssen die gemessenen Werte mit $\frac{1}{G}$ (G = Geometriefaktor, der sich mit dem Abstand des Präparates vom Leuchtschirm ändert) multipliziert werden. Abb. 21 zeigt den Zusammenhang zwischen Abstand a des Präparates vom Leuchtschirm und $\frac{1}{G}$ für die gegebene Anordnung (Durchmesser des Leuchtschirmes = 2,8 cm, Durchmesser des Präparates = 2,8 cm) nach der Formel von <u>BLACHMANN</u> berechnet.

Auch die korrigierten Zählraten sind in Abhängigkeit vom Präparatabstand graphisch aufzutragen. Differenziert man diese Kurve, so erhält man eine Reichweiteverteilung der α-Teilchen.



Declassified in Part - Sanitized Copy Approved for Release @ 50-Yr 2013/09/12 : CIA-RDP81-01043R002300240007-9

Declassified in Part - Sanitized Copy Approved for Release @ 50-Yr 2013/09/12 : CIA-RDP81-01043R002300240007-9

6. Ergänzungen:

6.1. PSEV-Anordnung und Blockschema der Schaltung

Das Gehäuse, in das der PSEV eingesetzt wird, hat die Aufgabe, das Aussenlicht abzuschirmen. Mit Hilfe von zwei Schiebern lassen sich Leuchtschirme und Absorberfolien auswechseln, ohne dass Licht auf die Photokathode fällt. Der Präparathalter wird mit einer Klemmschraube gehalten und verschliesst das Gehäuse lichtdicht. Er darf nur abgenommen werden, wenn keine Spannung am Vervielfacher liegt, da der PSEV sonst unbrauchbar wird. Der Abstand des Präparates vom Leuchtschirm kann durch Verstellen des durch die rot markierte Klemmschraube gehaltenen Präparatträgers variiert werden. Wenn sich das Präparat im Gehäuse befindet und sämtliche Leitungsverbindungen (Abb. 22 Blockschema der Schaltung) hergestellt sind, wird die Hochspannung eingeschaltet und langsam auf die vom Assistenten angegebene

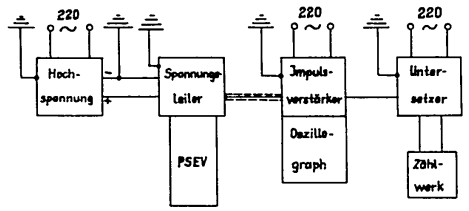


Abb. 22

Arbeitsspannung hochgeregelt. Oszillograph und Untersetzer werden dann in Betrieb genommen. Nach 15 Minuten ist die

Empfindlichkeit der Messanordnung konstant und die Messungen können beginnen. Die Impulse können im Oszillographen gleichzeitig kontrolliert werden.

6.2. Formel nach BLACHMANN

$$G = 0{,}5 \left[1 - \frac{1}{(1+\beta)^{3/2}} - \frac{3}{8} \frac{\beta \cdot \gamma}{(1+\beta)^{5/2}} \right.$$

$$- \gamma^2 \left(- \frac{5}{16} \cdot \frac{\beta}{(1+\beta)^{7/2}} + \frac{35}{64} \frac{\beta^2}{(1+\beta)^{9/2}} \right)$$

$$\left. - \gamma^3 \left(\frac{35}{128} \cdot \frac{\beta}{(1+\beta)^{9/2}} - \frac{315}{256} \frac{\beta^2}{(1+\beta)^{11/2}} + \frac{1155}{1024} \cdot \frac{\beta^3}{(1+\beta)^{13/2}} \right) \right]$$

$$\beta = \frac{b^2}{a^2} \qquad \gamma = \frac{c^2}{a^2}$$

a = Abstand des Präparates vom Leuchtschirm
b = Durchmesser des Leuchtschirmes
c = Durchmesser des Präparates

Declassified in Part - Sanitized Copy Approved for Release @ 50-Yr 2013/09/12 : CIA-RDP81-01043R002300240007-9

Declassified in Part - Sanitized Copy Approved for Release @ 50-Yr 2013/09/12 : CIA-RDP81-01043R002300240007-9

Versuch P-16: Alphastrahlmessungen mit dem Funkenzähler

1. Aufgabenstellung:

   1.1. Aufnahme der Charakteristik eines Funkenzählers.

   1.2. Bestimmung der Zählrate eines α -Strahlpräparates und Fehlerberechnungen.

   1.3. Prüfung der statistischen Reinheit einer Zählung.

2. Literatur: (2, 23, 27, 28)

3. Zubehör:

   1 Regeltrafo
   1 Spannungskonstanthalter
   1 Hochspannungsgerät (5000 Volt)
   1 Funkenzähler
   1 elektronisches Zwischenglied (zur Verbesserung des Auflösungsvermögens)
   1 Untersetzergerät
   1 Stoppuhr
   2 Uranoxydglasplatten als α -Strahlpräparate oder andere α -Strahlpräparate

4. Einführung:

Der Funkenzähler (GREINACHER; CHANG und ROSENBLUM) besteht aus zwei Elektroden, (z. B. 1 Draht oder mehrere Drähte gegenüber Metallplatte) die in einem geringen Abstand in Luft von Atmosphärendruck gegenübergestellt sind. Zwischen die Elektroden wird eine so hohe Spannung gelegt, dass gerade noch kein Funkenüberschlag stattfindet, wohl aber eine Koronaentladung sich ausbildet. Strahlt man z. B. α -Teilchen in Drahtnähe ein, so werden Funkenüberschläge ausgelöst (Behebung des Zündverzugs). Die Impulse sind so stark, dass sie zur Zählung der α -Teilchen ausgenutzt werden können.

Das Auflösungsvermögen eines Funkenzählers, d. h. die Zeit

bis zur Wiederherstellung der Hochspannung an der Funkenstrecke nach einem Funken ist durch die Eigenkapazität C und den hochohmigen Widerstand R_1 im Stromkreis gegeben und erreicht verhältnismässig hohe Werte ($\approx$ 0,1 sec). Mit einer besonderen elektronischen Anordnung lässt sich jedoch das Auflösungsvermögen verbessern. (Schaltung siehe 6. Ergänzungen.)

Bei normalem Luftdruck spricht der Funkenzähler nur auf α -Strahlung an, was für viele Untersuchungen von Vorteil ist. Ein Nachteil des Funkenzählers ist jedoch seine Empfindlichkeit u. a. gegen Luftfeuchtigkeit, Luftdruck und Luftzusammensetzung.

5. Arbeitsanleitung:

5.1. Aufnahme der Charakteristik eines Funkenzählers

Das α -strahlende Präparat ist in den Funkenzähler einzubringen und die Charakteristik nach dem gleichen Verfahren wie in Aufgabe P-1 (Grundmessungen am Zählrohr) aufzunehmen und zu zeichnen. (Man kontrolliere den Nulleffekt bei einigen Spannungen!) Plateau, Einsatz- und Arbeitsspannung sind anzugeben.

5.2. Bestimmung der Zählrate eines α -Strahlpräparates und Fehlerberechnungen

Die Zählrate eines α -Strahlpräparates ist im Arbeitspunkt zu ermitteln und mit der Zählrate eines zweiten Präparates zu vergleichen. Fehlerberechnungen sind wie in Versuch P-1 durchzuführen.

5.3. Prüfung der statistischen Reinheit einer Zählung

Die Prüfung der statistischen Reinheit einer Zählung mit dem Funkenzähler erfolgt in der gleichen Weise wie die Prüfung der statistischen Reinheit einer Zählung mit dem Zählrohr in Versuch P-1.

Declassified in Part - Sanitized Copy Approved for Release @ 50-Yr 2013/09/12 : CIA-RDP81-01043R002300240007-9

Declassified in Part - Sanitized Copy Approved for Release @ 50-Yr 2013/09/12 : CIA-RDP81-01043R002300240007-9

6. Ergänzungen:

Schaltung des Funkenzählers (Abb. 23) mit elektronischem Zwischenglied zur Verbesserung des Auflösungsvermögens

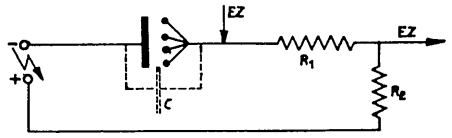


Abb. 23

EZ = elektronisches Zwischenglied

Wie würden Sie das Auflösungsvermögen eines Funkenzählers bestimmen?

Versuch P-17: Betastrahlmessungen mit der Aluminium-Ionisationskammer

1. Aufgabenstellung:

1.1. Spannungseichung des Elektrometers.

1.2. Abstandsvariation zwischen Al-Kammer und Präparat (Geometriefaktor).

1.3. Absorptionsmessungen mit Al-Absorbern; Reichweite- und Energiebestimmung.

1.4. Rückstreumessungen.

1.5. Bestimmung der Aktivität eines reinen Betastrahl-Präparates durch Vergleich mit einem bekannten Präparat.

2. Literatur: (3, 7, 8, 29, 30)

3. Zubehör:

1 Aluminium-Ionisationskammer (senkrecht) mit Elektrometer und Montagevorrichtungen
1 Beobachtungsfernrohr
1 Spannungsteiler
1 Hochspannungsgerät
2 Präparatehalterungen
Verschiedene Betastrahl-Präparate
1 Satz Al-Absorberbleche
1 Satz Bleche und Folien aus verschiedenen Materialien

4. Einführung:

Stärkere radioaktive Präparate können gut mit einer Ionisationskammer ausgemessen werden. Eine Ionisationskammer ist im Prinzip ein Kondensator. Zwischen der positiven und negativen Elektrode befindet sich ein durch Strahlung ionisierbares Gas. Legt man Spannung an die Elektroden, so wer-

Declassified in Part - Sanitized Copy Approved for Release @ 50-Yr 2013/09/12 : CIA-RDP81-01043R002300240007-9

Declassified in Part - Sanitized Copy Approved for Release @ 50-Yr 2013/09/12 : CIA-RDP81-01043R002300240007-9

den die erzeugten Ionen und Elektronen an die Elektroden gezogen. Der Ionisationsstrom ist ein Mass für die Intensität der eingestrahlten radioaktiven Strahlung.

Je nach Konstruktion, Verwendungszweck und Arbeitsweise der Kammer unterscheidet man verschiedene Typen: Nach Konstruktion: Plattenkammer, Zylinderkammer; nach Verwendungszweck: α-, β-, γ-Kammer; nach Arbeitsweise: Impulskammer, Integrationskammer.

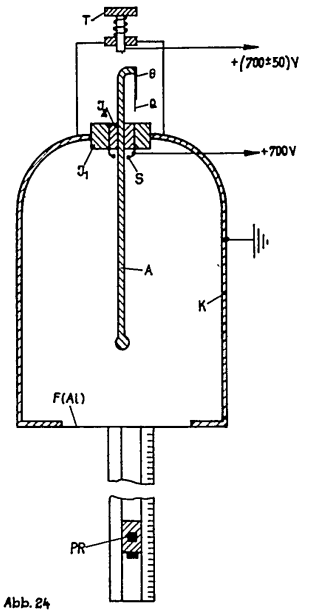


Abb. 24

Die hier verwendete Kammer (Abb. 24) ist eine Al-Zylinderkammer für β-Strahl-Messungen. Mit dieser Ionisationskammer (I.K.) wird der durch viele radioaktive Teilchen entstehende Ionisationsstrom integrierend gemessen. Die I.K. arbeitet im Bereich der Sättigung, d. h. alle in der I.K. erzeugten Ladungsträger gelangen an die Elektroden; Rekombination findet nicht statt.

Die zwischen die Elektroden K und A der I.K. gelegte Spannung muss so gewählt werden, dass einerseits Sättigung erreicht wird, andererseits noch keine Sekundärelektronen durch Stossionisation gebildet werden können. Die an die Kammer gelegte Spannung bleibt somit auf einen bestimmten Bereich beschränkt, der für diese I.K. um 700 Volt herum liegt. Der

entstehende Ionisationsstrom kann nach zwei Methoden gemessen werden, nach der Auflade- oder nach der Entlademethode. Wir verwenden hier die Entlademethode:

Die Innenelektrode (A) wird mit Hilfe des Tasters (T) auf ein bekanntes Potential aufgeladen. Dann bestrahlt man die Kammer mit dem auszumessenden β-Strahl-Präparat (PR). Der Ionisationsstrom entlädt die nun isolierte Elektrode A. Die Geschwindigkeit der Entladung, die ein Mass für die Intensität der Einstrahlung ist, wird mit Hilfe des Elektrometers (auf der Kammer) gemessen. Das Goldblatt G am oberen Ende von A schlägt bei der Aufladung bis zu einem gewissen Betrag nach einer Seite aus und bewegt sich während der Entladung nach der entgegengesetzten Richtung. Durch ein Ablesefernrohr beobachtet man die Entladegeschwindigkeit, die für die I.K. dieselbe Bedeutung hat, wie die gemessene Zählrate für ein GEIGER-MÜLLER-Zählrohr. Der Quarzfaden Q dient zur genaueren Ablesung, da das Goldblatt im Fernrohr zu dick erscheint.

Der Nachteil der Entlademethode ist die Beanspruchung des Isolators durch hohe elektrische Felder. Dieser wird durch einen kleinen Kunstgriff nach WEISS beseitigt, indem man einen Schutzring S um die zentrale, hoch aufzuladende Elektrode anbringt. Der Schutzring S unterteilt den Isolator in I_1 und I_2 und wird selbst an eine während der gesamten Versuchsdauer sehr konstante Spannung (ca. 700 V) gelegt. A erhält eine um ca. 50 V positivere Spannung als S. Man misst den Ionisationsstrom so lange, bis die Spannung an A auf ca. 50 V unter die Spannung von S abgesunken ist. Der Verluststrom hat sich dann über die gesamte Messzeit kompensiert. Voraussetzung ist, dass sowohl 700 + ca. 50 V als auch 700 - ca. 50 V im oben beschriebenen Spannungsbereich liegen. Gleichzeitig ist der kritische Isolator I_2 stark entlastet, da er jetzt höchstens ein Potential von 50 V gegen die Elektrode A hat. (Allgemein gibt man der Hilfselektrode S die Spannung $V_S = V - \frac{\Delta V}{2}$, wenn V die Aufladespannung von A und ΔV das Messintervall bedeuten.)

Declassified in Part - Sanitized Copy Approved for Release @ 50-Yr 2013/09/12 : CIA-RDP81-01043R002300240007-9

Declassified in Part - Sanitized Copy Approved for Release @ 50-Yr 2013/09/12 : CIA-RDP81-01043R002300240007-9

5. Messanleitung:

5.1. Spannungseichung des Elektrometers

Zur Überprüfung der Messanordnung führe man vor Beginn der Aufgaben 1.2. bis 1.5. eine Spannungseichung des Elektrometers durch.

Der Faden des Elektrometers wird durch ein Fernrohr mit eingebauter Ableseskala beobachtet. Man gibt nun der Anode eine Spannung von 0 Volt gegen die Schutzringspannung von + 700 Volt und stellt den Faden genau auf Null (= Fadenkreuzmitte). Dann legt man nacheinander Spannungen zwischen ± 10 Volt und ... ± 50 Volt an die Anode und liest jedesmal den Ausschlag des Fadens in Skt. ab. Die Messreihe ist mindestens 3 mal zu wiederholen und mit den Mittelwerten die Spannungseichkurve [Volt = f (Skt.)] zu zeichnen.

5.2. Abstandsvariation zwischen Al-Kammer und Präparat (Geometriefaktor)

Das auf einer Halterung befindliche ß-strahlende Präparat (PR) (z. B. Tl^{204}, P^{32}) wird in verschiedene Abstände a vom Fenster (F(Al)) der I.K. (Durchmesser 2 r = 70 mm gebracht und die Entladegeschwindigkeit (in Skt./min oder in Volt/min) in Abhängigkeit vom Geometriefaktor G bestimmt. (Graphische Darstellung!) Der Geometriefaktor und seine Bedeutung für die Ausmessung von Präparaten sind uns von den Aufgaben P-9 und P-10 bekannt. Auch hier gilt für

$$G = 1/2 \left(1 - \frac{a}{\sqrt{a^2 + r^2}}\right)$$

Der Abstand a kann auf einer unter der Kammer angebrachten Skala abgelesen werden. Man wähle die Abstände so, dass die Messpunkte sich gleichmässig auf der Kurve verteilen.

Die Messung der Entladegeschwindigkeit, die ein Mass für die Strahlungsintensität ist, erfolgt am besten so, dass nach Aufladung der I.K. und somit nach Ausschlag des Elek-

trometerfadens nach einer Seite der Durchgang des Fadens beim Wandern nach der entgegengesetzten Seite (Entladung!) durch zwei zum Nullpunkt symmetrische Stellen (z. B. $0 + x_1 \ldots 0 - x_1$) abgestoppt wird.

Diese Symmetrie der Messung ist auch bei allen weiteren Aufgaben zu beachten. (Warum wird so gemessen?)

Weiterhin muss, wie bei allen Zählrohrmessungen, auch hier bei I.K.-Messungen ein "Nullwert" berücksichtigt werden, der genau nach dem gleichen Verfahren wie oben beschrieben gemessen wird. (Dabei ist es zweckmässig, beim Abstoppen der Zeit, die der Faden zum Passieren zwischen zwei zur Null-Lage symmetrischen Werten braucht, noch Zwischenwerte zu notieren!)

5.3. Absorptionsmessungen mit Al-Absorber, Reichweite- und Energiebestimmungen

Mit einem reinen Betastrahler wird eine Absorptionskurve aufgenommen. Zwischen Präparat und Kammerfenster werden Absorberfolien verschiedener Dicke aus Aluminium geschoben und die Entladegeschwindigkeit in Abhängigkeit von der Flächendichte (mg/cm^2) bestimmt. Die Absorber sind direkt unter das Kammerfenster zu schieben. Am Ende und am Anfang der Absorptionskurve soll die Änderung der Flächendichte des Absorbers in möglichst kleinen Schritten vorgenommen werden.

Die Absorptionskurve zeigt eine Abweichung von dem für Gammastrahlung streng gültigen Absorptionsgesetz ($I = I_o \cdot e^{-\frac{\mu}{\rho} d}$). Diese Abweichung macht sich für einen reinen Betastrahler in der in Abb. 25 angegebenen Form bemerkbar und hat ihre Ursache in der Inhomogenität der Energie der emittierten ß-Strahlteilchen. (So hat z. B. die Betastrahlung des Tl^{204} ein kontinuierliches Energiespektrum mit Energien bis zu 0,765 MeV. Hinzukommt, dass ß-Teilchen durch unelastische Stösse in ihrer Energie geschwächt werden.)

Declassified in Part - Sanitized Copy Approved for Release @ 50-Yr 2013/09/12 : CIA-RDP81-01043R002300240007-9

Declassified in Part - Sanitized Copy Approved for Release @ 50-Yr 2013/09/12 : CIA-RDP81-01043R002300240007-9

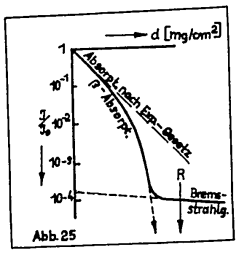


Abb. 25

Die Intensität der Betastrahlung fällt - wie aus Abb. 25 ersichtlich - im Absorbermaterial schneller ab als nach dem Exponentialgesetz zu erwarten ist.

Das Einbiegen der ß-Absorptionskurve für höhere Schichtdicken in eine Gerade rührt von der Bremsstrahlung her, die durch ß-Teilchen im Absorber entsteht. Verlängert man diese Gerade nach links und zieht die Werte auf der Geraden von den Werten der ß-Absorptionskurve ab, so erhält man die gestrichelte Absorptionskurve. Der Abszissenwert des Schnittpunktes der Geraden mit der Asymptoten an diese Absorptionskurve wird als Reichweite R der ß-Strahlen mit der Maximalenergie E_o des Spektrums definiert.

Für $E_o > 0{,}7$ MeV gilt nach FEATHER

$$R = 0{,}543 \cdot E_o - 0{,}160,$$

wobei R in g/cm^2 Al und E_o in MeV anzugeben sind.

Die Absorptionskurve kann entweder wie in Abb. 25 als $\log \frac{I}{I_o}$ = f (d) aufgetragen werden oder, was in unserem Falle günstiger ist (warum?) als log I = f (d) dargestellt werden.

Die Strahlungsintensitäten mit und ohne Absorber (I und I_o) sind durch die Ionisationsströme und diese durch die gemessenen Entladegeschwindigkeiten auszudrücken, und die Dicke d der Al-Absorber ist in mg/cm^2 anzugeben.

Die Dichte der Al-Bleche ist mit 2,7 g/cm^3 und die Dichte der Al-Folien mit 2,5 g/cm^3 einzusetzen.

Wodurch ist das kontinuierliche ß-Strahl-Energiespektrum zu erklären?

5.4. Rückstreumessungen

Das Verhältnis der Entladegeschwindigkeiten mit und ohne Rückstreuer ergibt nach Abzug des "Nullwertes" den Rückstreufaktor f_R.

Die Rückstreukurve $f_R = f(d)$ ist für Aluminium zu ermitteln und die Sättigungsdicke d_R^S in g/cm^2, sowie der Sättigungs-Rückstreufaktor f_R^S der Kurve zu entnehmen.

Mit Hilfe einer Reihe von Rückstreufolien aus verschiedenen Materialien ($d > d_R^S$) ist der Zusammenhang zwischen f_R^S und Ordnungszahl Z des Rückstreumaterials zu prüfen.

Die einzelnen Rückstreufolien sind möglichst dicht unter das auf Zaponlack befindliche ß-Strahl-Präparat zu bringen. (Stets gleichen Abstand zwischen Folie und Präparat einhalten!)

Welche Bedeutung haben die erhaltenen Kurven für die radiophysikalische Messtechnik?

5.5. Bestimmung der Aktivität eines reinen Betastrahl-Präparates nach der Vergleichsmethode

Ist die Aktivität (= Zerfallsrate) eines Betastrahlers bekannt, so kann man durch Vergleich mit diesem die unbekannte Aktivität eines zweiten Präparates durch Ionisationskammer-Messungen ermitteln. Man braucht hierzu im wesentlichen nur wie in Aufgabe P-9 zu verfahren.

Ist z. B. das bekannte Präparat auf einer Haut aus Zaponlack aufgebracht und das unbekannte Präparat auf einem Plexiglasteller, so muss mit Hilfe des bekannten Präparates f_R^S für diesen Teller bestimmt werden.

Nach Anbringung sämtlicher sich aus der Messung ergebenden Korrekturfaktoren gilt (wie in P-9):

$$\frac{N_x}{N} = \frac{I_x}{I}$$

Declassified in Part - Sanitized Copy Approved for Release @ 50-Yr 2013/09/12 : CIA-RDP81-01043R002300240007-9

Declassified in Part - Sanitized Copy Approved for Release @ 50-Yr 2013/09/12 : CIA-RDP81-01043R002300240007-9

N_x = Aktivität des unbekannten Präparates

N = Aktivität des bekannten Präparates

I_x = Ionisationsstrom ≈ Entladegeschwindigkeit für das unbekannte Präparat

I = Ionisationsstrom ≈ Entladegeschwindigkeit für das bekannte Präparat

Die Aktivität eines ß-Strahl-Präparates ist aus Vergleichsmessungen mit einem Präparat bekannter Aktivität zu ermitteln.

6. Ergänzungen:

Der "Nullwert" braucht nur dann berücksichtigt zu werden, wenn er mehr als 0,1 % des gemessenen Effektes beträgt.

Versuch P-18: Gammastrahlmessungen mit der Blei-Ionisationskammer

1. Aufgabenstellung:

1.1. Spannungseichung des Elektrometers.

1.2. Abstandsvariation zwischen Pb-Kammer und Präparat (Geometriefaktor).

1.3. Absorptionsmessungen mit verschiedenen Absorbermaterialien; Bestimmung der Massenabsorptionskoeffizienten und der Halbwertsdicken.

1.4. Bestimmung des "Radiumäquivalents" für Co^{60} und der Aktivität eines Gammastrahl-Präparates durch Vergleich mit einem Radium-Präparat bekannter Aktivität.

2. Literatur: (3, 7, 8, 29, 30)

3. Zubehör:

1 Blei-Ionisationskammer (waagerecht) mit Führungsschiene und Elektrometer
1 Beobachtungsfernrohr
1 Spannungsteiler
1 Hochspannungsgerät
1 Präparatehalterung mit Halter für Absorber
1 Radiumpräparat
1 Co^{60}-Präparat
1 Satz Bleifilter (0,5 bis 3,5 cm)
1 Satz Absorberplatten aus verschiedenen Materialien

4. Einführung:

4.1. Bau- und Arbeitsweise der Pb-Kammer

Während in der Aluminiumkammer die Beta-Strahlung nach Durchdringen des Kammerfensters das Gas direkt ionisiert,

Declassified in Part - Sanitized Copy Approved for Release @ 50-Yr 2013/09/12 : CIA-RDP81-01043R002300240007-9

Declassified in Part - Sanitized Copy Approved for Release @ 50-Yr 2013/09/12 : CIA-RDP81-01043R002300240007-9

ist die direkte Ionisierungswahrscheinlichkeit durch Gammastrahlung sehr gering. Zur Messung von Gammastrahlung wird die Wand der Ionisationskammer aus einem Material gebaut, das möglichst viele Sekundärelektronen (Photoeffekt, Comptoneffekt, Paarbildungseffekt; siehe Aufgabe P-5) erzeugt, die dann das Gas ionisieren.

Der hierdurch gebildete Ionisationsstrom ist wieder ein Mass für die Intensität der Strahlung eines gammastrahlenden Radioelementes.

Die vorliegende Kammer (Abb. 26) ist eine Pb-Zylinderkammer für Gammastrahl-Messungen, als Integrationskammer arbeitend.

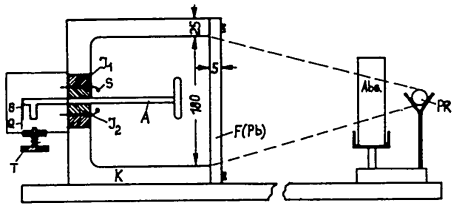


Abb.26

Sie arbeitet im Prinzip genau so wie die Al-Kammer im Versuch P-17 (mit Schutzring, im Bereich der Sättigung, Entlademethode).

Besonders zu beachten ist beim Aufbau einer I.K. für Gammastrahl-Messungen, dass wenig Streustrahlung in das Kammerinnere gelangt. Man bringt daher die Kammer möglichst isoliert von streuenden Materialien an und macht ausserdem die Kammerwände so dick, dass Streustrahlung aus der Umgebung stark reduziert wird.

Nur die dem auszumessenden Präparat zugewendete Frontplatte soll eine vorgeschriebene Dicke (3 - 5 mm Pb) nicht überschreiten. Die Frontplatte muss ein Gleichgewicht zwischen der Gammastrahlung und ihrer Sekundärstrahlung garantieren.

4.2. Das "Radiumäquivalent"

1 mg eines Radiumpräparates (Ra^{226} im Gleichgewicht mit seinen Folgeprodukten) ruft in einer bestimmten Ionisationskammer in einem bestimmten Abstand einen Ionisationsstrom hervor. Bringt man Co^{60} in gleicher geometrischer Anordnung vor dieselbe Kammer, so sind, um die gleiche Ionisationswirkung zu erzielen, hierzu x mC Co^{60} nötig.

Man sagt: 1 mg Radium sind x mC Co^{60} äquivalent.

Das "Radiumäquivalent" hat für jede spezielle Ionisationskammer und für jedes Radioisotop (wegen der verschiedenen Gammastrahlung) einen besonderen Wert.

Steht ein geeichter Radium-Standard zur Verfügung und ist das Radiumäquivalent eines radioaktiven Isotopes für eine vorliegende Messanordnung bekannt, so kann man die Aktivität eines Präparates des betreffenden Isotopes durch einfache Vergleichsmessungen bestimmen (siehe 5.4.2.).

Kennt man das Radiumäquivalent und die Dosiskonstante eines radioaktiven Isotopes, so kann man durch Relativmessung der Dosisleistung und der Gammastrahlung das Radiumäquivalent jedes beliebigen γ-Strahlers ermitteln. Die Aktivitäten beider Präparate brauchen nicht bekannt zu sein. (Siehe WEISS, Literatur 7.)

5. Arbeitsanleitung:

5.1. Spannungseichung des Elektrometers

Die Spannungseichung erfolgt nach dem gleichen Verfahren wie in Versuch P-17 (5.1.) beschrieben.

Declassified in Part - Sanitized Copy Approved for Release @ 50-Yr 2013/09/12 : CIA-RDP81-01043R002300240007-9

Declassified in Part - Sanitized Copy Approved for Release @ 50-Yr 2013/09/12 : CIA-RDP81-01043R002300240007-9

5.2. Abstandsvariation zwischen Pb-Kammer und Gammastrahl-Präparat (Geometriefaktor)

Ein gammastrahlendes Präparat (Radium, Kobalt-60) wird in verschiedene Abstände a von der Kammerfrontplatte (Durchmesser 2 r = 180 mm) gebracht und die der Intensität der einwirkenden Strahlung proportionale Entladegeschwindigkeit (in Skt./min bzw. Volt/min) in Abhängigkeit vom Geometriefaktor G bestimmt. Man wähle die Abstände so, dass die Messpunkte sich gleichmässig auf der Kurve I = f (G) verteilen. Der Geometriefaktor G wird nach der bekannten Formel (siehe P-3, P-10, P-17) berechnet. Die Messung der Entladegeschwindigkeiten erfolgt wie in Aufgabe P-17.

Der "Nullwert" ist zu ermitteln und bei allen I.K.Messungen zu berücksichtigen, wenn er mehr als 0,1 % des zu messenden Effektes beträgt.

5.3. Absorptionsmessungen mit verschiedenen Absorbermaterialien. Bestimmung der Massenabsorptionskoeffizienten und der Halbwertsdicken für Radium und Kobalt-60

5.3.1. Ohne zusätzliche Filterung

Absorptionskurven für Radium und für Kobalt sind mit verschiedenen Materialien (Fe, Cu, Al) aufzunehmen ($I = I_0 \cdot e^{-\mu \cdot d}$) und aus den graphischen Darstellungen auf halblogarithmischem Papier (wie in Aufgabe P-5) die totalen Massenabsorptionskoeffizienten sowie die Halbwertsdicken zu bestimmen. Die Absorberplatten werden hierzu dicht vor das Präparat in die dafür angebrachte Halterung gesetzt.

5.3.2. Mit zusätzlicher Filterung

Die in 5.3.1. beschriebenen Messungen werden wiederholt, indem vor die Frontplatte 5 mm Fe der Pb-Kammer zusätzlich Fe-Filter gebracht werden. Massenabsorptionskoeffizienten und Halbwertsdicken sind zu ermitteln.

Die Ergebnisse werden mit den in 5.3.1. erhaltenen verglichen und gemeinsam diskutiert.

5.4. Bestimmung der Aktivität eines Gammastrahl-Präparates z. B. Co^{60} durch Vergleich mit einem Radium-Standard-Präparat

5.4.1. Bestimmung des Radiumäquivalents für Co^{60}

Das Radiumäquivalent für Co^{60} ist für die vorliegende Kammer zu bestimmen. Hierzu misst man einmal den Ionisationsstrom (Entladegeschwindigkeit), der durch das bekannte Radiumpräparat in einem bestimmten Abstand in der Kammer hervorgerufen wird und zum anderen den durch ein Co^{60}-Präparat bekannter Aktivität hervorgerufenen Ionisationsstrom in gleicher geometrischer Anordnung.

Man findet:

$$\frac{I_{Ra}}{I_{Co}} = \frac{x_1 \text{ mg } Ra^{226}}{x_2 \text{ mC } Co^{60}}$$

Die Werte von x_1 und x_2 sind vom Assistenten zu erfragen. Das Radiumäquivalent für Co^{60} ist zu berechnen.

5.4.2. Bestimmung der Aktivität eines gammastrahlenden Isotopes

Ist das "Radiumäquivalent" "x" für Co^{60} für die vorliegende I.K. bekannt, so kann man die Aktivität eines Co^{60}-Präparates durch Vergleichsmessungen mit einem geeichten Radium-Standard ermitteln nach

$$N_{Co^{60}} = \frac{k_2}{k_1} \cdot N_{Ra^{226}} \cdot x \text{ (mC)}$$

k_2 = Entladegeschwindigkeit (Skt./min bzw. Volt/min bei $N_{Ra^{226}}$ mg Radium in a_1 cm Abstand.

k_1 = Entladegeschwindigkeit (Skt./min bzw. Volt/min bei $N_{Co^{60}}$ mC in a_1 cm Abstand.

Declassified in Part - Sanitized Copy Approved for Release @ 50-Yr 2013/09/12 : CIA-RDP81-01043R002300240007-9

Declassified in Part - Sanitized Copy Approved for Release @ 50-Yr 2013/09/12 : CIA-RDP81-01043R002300240007-9

Die Aktivität eines Präparates ist durch Vergleichsmessungen zu bestimmen. Man überlege, welche Absorptionskorrekturen anzubringen sind, um ein sauberes Ergebnis zu erhalten.

6. Ergänzungen:

Man prüfe den Einfluss streuender Materialien in Präparatnähe.

Versuch P-19: Verseuchungsmessungen

1. Aufgabenstellung:

3 verschiedene Arbeitstischauflagen sind auf eine eventuelle Verseuchung mit radioaktiven Isotopen zu prüfen. Nach Lokalisation der verseuchten Stellen ist festzustellen, ob die radioaktive Verseuchung durch einen reinen Betastrahler oder einen Gammastrahler erfolgt ist.

2. Literatur: (8)

3. Zubehör:

3 Arbeitstischauflagen
1 Absorberblech aus Aluminium
1 Strahlennachweisgerät mit verschiedenen Messbereichen
1 Messkopf (aus mehreren Zählrohren bestehend)
1 Bedienungsanweisung zum Strahlennachweisgerät

4. Einführung:

Jedes Laboratorium, in welchem mit radioaktiven Substanzen (vor allen Dingen mit offenen oder halboffenen Präparaten) gearbeitet wird, muss in regelmässigen Abständen auf eine eventuelle radioaktive Verseuchung kontrolliert werden. Hierzu werden am besten kleine, tragbare Strahlungsmessgeräte verwendet oder auch, zur genaueren Ausmessung, grössere mit einem langen, beweglichen Kabel zum Messkopf.

Es soll in dieser Aufgabe der Gebrauch eines solchen Gerätes geübt und die Genauigkeit einer Lokalisationsprüfung festgestellt werden.

5. Arbeitsanleitung:

Das Messgerät (z. B. 1 Universal-Radiameter vom Typ "TMCC") wird angeschlossen. Dann wird an die im Messkopf befindli-

Declassified in Part - Sanitized Copy Approved for Release @ 50-Yr 2013/09/12 : CIA-RDP81-01043R002300240007-9

Declassified in Part - Sanitized Copy Approved for Release @ 50-Yr 2013/09/12 : CIA-RDP81-01043R002300240007-9

chen Zählrohre (ß-strahlempfindlich) die erforderliche Hochspannung gelegt. Zunächst muss der vom Gerät registrierte Untergrund (Nullwert) genau festgestellt werden; erst dann wird mit dem Aufsuchen von verseuchten Stellen begonnen. Das Abtasten der Auflage muss dabei sehr vorsichtig geschehen, damit nicht radioaktive Substanz am Zählkopf haften bleibt!

Das Abtasten der Auflage erfolgt so lange, bis man für einen gewählten Messbereich einen maximalen Zeigerausschlag erhält. Sind die Verseuchungsstellen genau lokalisiert (Stellen maximalen Zeigerausschlags), so befindet sich das Verseuchungszentrum genau unter der auf der Rückseite des Messkopfes markierten Stelle. Durch Einschieben eines Aluminiumabsorbers zwischen Auflage und Messkopf kann festgestellt werden, ob die radioaktive Verseuchung an den einzelnen Stellen von einem reinen Betastrahler oder einem Gammastrahler herrührt.

Als "verseucht" gelten die Stellen, die im Gerät den 1,5-fachen Wert des Untergrundes anzeigen.

Von der Arbeitsauflage ist ein maßstabstreues Bild auf Millimeterpapier zu zeichnen, in welches die verseuchten Stellen (Zentren) anzugeben sind (Angabe ob ß- oder γ - Strahler).

Mit welcher Genauigkeit sind die von Ihnen gemachten Angaben zu werten?

Was würden Sie tun, wenn auf Ihrem Arbeitsplatz eine solche Verseuchung festgestellt wird?

Versuch P-20: 6 Aufgaben aus dem Gebiet der Elektronik

Den Kursteilnehmern soll Gelegenheit gegeben werden, Einblick in die einfachsten, im Praktikum verwendeten, elektronischen Schaltungen zu gewinnen. Es besteht die Möglichkeit, einige Schaltungen selbst durchzuführen und die Arbeitsweise der Geräte zu kontrollieren.

Die Arbeitsanleitungen hierzu werden vom Assistenten gesondert ausgegeben, da diese Aufgaben nicht unmittelbar zu den Aufgaben eines Isotopenpraktikums gehören.

Zur Zeit durchführbare Versuche:

1. Spannungsstabilisierung mit Stabilovolt (Netzanschluss).
2. Spannungsstabilisierung mit Elektronenröhren (Netzanschluss).
3. Symmetrischer Multivibrator zur Erzeugung von Rechteckimpulsen.
4. Impulsformerstufe.
5. 4-fach-Untersetzer zur Untersetzung von Zählrohrimpulsen.
6. Treiberstufe zum Betrieb eines mechanischen Zählwerkes mit schwachen Impulsen.

Declassified in Part - Sanitized Copy Approved for Release @ 50-Yr 2013/09/12 : CIA-RDP81-01043R002300240007-9

Declassified in Part - Sanitized Copy Approved for Release @ 50-Yr 2013/09/12 : CIA-RDP81-01043R002300240007-9

Versuche P-X: Zur Zeit in Vorbereitung befindliche Versuche

Die Anleitungen zu diesen Versuchen werden zu gegebener Zeit zusammen mit den unter C-X angeführten Versuchen sowie weiteren inzwischen ins Praktikum aufgenommenen in einem Ergänzungsband erscheinen. - Bis dahin werden den Kursteilnehmern zur Durchführung der betreffenden Versuche Lichtpausen zur Verfügung gestellt.

a) Bestimmung von Europium in Samarium mit der Aktivierungsanalyse
(unter Zuhilfenahme von Absorptionsmessungen)

b) Messung dünner Schichten
(Absorptions- und Rückstreumessungen mit Betastrahlung und Szintillationszähler)

c) Weitere Methoden der Bestimmung der Selbstabsorption

d) Weitere Methoden der Energiebestimmung von Strahlung

e) Weitere Methoden der technischen Anwendung von Radionukliden

f) Messung der kosmischen Strahlung mit einer einfachen Koinzidenzanordnung
(Absorptionsmessungen, Intensitätsabhängigkeit vom Zenithwinkel)

g) Radiographische- und Autoradiographische Messungen

h) Kristallzähler

i) Weitere Elektronikversuche:
Unsymmetrischer Multivibrator zur Erzeugung von Impulsen mit schrägem Anstieg
Diskriminatorschaltung
Koinzidenzschaltung
Elektrometerröhrenschaltung

Versuch C-1: Hydrophobierung von Glasgeräten

1. Aufgabenstellung:

Man zeige, dass Glasgeräte, die mit einer Silikonölemulsion behandelt wurden, sehr glatte und wasserabstossende Oberflächen besitzen. Durch solche Behandlung wird die Adsorption von radioaktivem Spurenmaterial wesentlich herabgesetzt. Es sollen zwei Pipetten nach gegebener Vorschrift hydrophobiert und die Wirksamkeit mit nicht vorbehandelten Geräten verglichen werden. Die adsorbierten Aktivitäten an den präparierten und nichtpräparierten Pipetten sind mit einem Zählrohr zu messen.

2. Literatur: (23, 31, 32, 33, 34, 35)

3. Zubehör:

4 Pipetten 2 ml
Silikonölemulsion OEE 6008
Co^{60}-Lösung
1 Becherglas
1 Peläusball
4 Al-Schalen
1 Messzylinder (100 ml)
1 V2A-Schale
Filterpapier, Zellstoff, rote Farbe
1 Trockenschrank
1 Muffelofen
1 kompl. Messanordnung
1 Ultrarot-Lampe

4. Einführung:

Während bei den allgemeinen chemischen Arbeiten Adsorptionserscheinungen an Glasgeräten kaum eine Rolle spielen, können bei radiochemischen Untersuchungen dadurch erhebliche Fehler auftreten. Besonders wenn die Radioelemente in

Declassified in Part - Sanitized Copy Approved for Release @ 50-Yr 2013/09/12 : CIA-RDP81-01043R002300240007-9

Declassified in Part - Sanitized Copy Approved for Release @ 50-Yr 2013/09/12 : CIA-RDP81-01043R002300240007-9

trägerfreier (unwägbarer) Form vorliegen, können grosse Aktivitätsverluste in Erscheinung treten. Dies ist zu verstehen, wenn man bedenkt, dass 1 mC Phosphor-32 nur 3,4 . 10^{-6} mg oder Jod-131 nur 8 . 10^{-6} mg Substanz darstellen. Für den Radiochemiker ist die Kenntnis der Adsorption der Radioelemente an den Gefässwänden unbedingt erforderlich.

Unter Zuhilfenahme von Radionukliden sind besonders die Vorgänge an Glas untersucht worden. So konnte festgestellt werden, dass beispielsweise die Adsorption von Radionatrium an Glas mit dem p_H-Wert und der Temperatur zunimmt und dass sich nach 6 Stunden ein Gleichgewicht einstellt. Man nimmt an, dass die Adsorption an Glas durch einen Austausch der $\gtrless$SiOH- bzw. $\gtrless$ SiONa-Gruppen der Oberfläche mit den entsprechenden Kationen der Lösung erfolgt. Die Adsorption kann auch durch Elektrolytzusätze verringert werden. Die verdrängende Kraft hängt stark von der Art des Zusatzes ab. Während die Radiobleiadsorption von einer 0,01 molaren Kupferchloridlösung bereits auf 1 % des Normalwertes herabgesetzt wird, benötigt man eine 1 molare Kaliumchloridlösung um denselben Effekt zu erzielen. Auch bei Anionen treten Adsorptionserscheinungen - wenn auch weniger spürbar - auf. Über den Mechanismus bestehen allerdings bisher noch keine allgemein gültigen Vorstellungen. Immerhin sind Untersuchungen mit aktiven Phosphaten und Perrhenaten durchgeführt und Effekte festgestellt worden.

Im radiochemischen Labor kann man die Adsorption an Gefässwänden ausschalten, oder wenigstens stark herabdrücken, indem man die Gefässe mit Kunstharzen, Silikonen, Paraffinen oder Wachsen auskleidet. Da die Desorption der bereits adsorbierten Ionen nur sehr langsam erfolgt, ist es möglich, durch Vorbehandlung der Geräte (einige Stunden) mit einer Lösung des inaktiven Isotops, die Aktivitätsverluste durch Adsorption in erträglichen Grenzen zu halten. Bei Arbeiten mit trägerarmen, stark verdünnten Lösungen (etwa 1 . 10^{-4} mg/ml) sollte unter allen Umständen mit vorbehandelten Glasgeräten gearbeitet werden.

5. Arbeitsanleitung:

Vier 2 ml-Pipetten werden zunächst von allen Verunreinigungen durch Eintauchen in frisch hergestellte Chromschwefelsäure gesäubert. Danach wird mit destilliertem Wasser mehrmals nachgespült. Nachdem man nochmals mit Alkohol und zuletzt mit Äther ausgewaschen hat, werden die Pipetten 10 Minuten im Trockenschrank bei 85° C gehalten. Inzwischen bringt man die Silikonemulsion in einen hohen Messzylinder (etwa 100 ml). Zwei der getrockneten Pipetten werden etwa 5 Minuten möglichst vollständig in die Emulsion getaucht. Man nimmt die Pipetten aus der Behandlungsflotte und lässt alle Flüssigkeit durch senkrechtes Stehenlassen restlos auslaufen. Jetzt kann der Silikonfilm eingebrannt werden. Zu diesem Zweck werden die Pipetten im Trockenschrank getrocknet (200° C) und im Muffelofen eingebrannt. Man lässt die Temperatur des Ofens auf 350° C ansteigen und schaltet dann sofort aus. (Einbrenndauer ca. 1 Stunde.)

Zur Unterscheidung werden die hydrophobierten Pipetten mit einem roten Ring versehen.

Unter dem Abzug wird in jeder Pipette mit Hilfe eines Peläusballes eine radioaktive Co^{60}-Lösung bis zur Eichmarke hochgesaugt und langsam in die Flasche zurückgegeben. (Der Umgang mit dem Peläusball muss zunächst ohne radioaktive Lösung - am besten mit H_2O - geübt werden!!) Vorsichtig werden jetzt mit jeder Pipette 2 ml destilliertes Wasser angesaugt und in grosse Al-Schalen gegeben. Die benutzten Pipetten auf Zellstoff legen! Unter einer Ultrarot-Lampe wird das Wasser abgedampft. Die Aktivitäten der eingedampften Proben werden unter einem Glockenzählrohr bestimmt. Jede Probe ist zweimal zu messen. Messdauer ca. 5 Minuten.

Bei radiochemischen Arbeiten sind stets Gummihandschuhe zu tragen. Ebenfalls muss in V2A-Schalen gearbeitet werden, die mit Papier ausgelegt sind.

Declassified in Part - Sanitized Copy Approved for Release @ 50-Yr 2013/09/12 : CIA-RDP81-01043R002300240007-9

Declassified in Part - Sanitized Copy Approved for Release @ 50-Yr 2013/09/12 : CIA-RDP81-01043R002300240007-9

Versuch C-2: Radiometrische Thalliumbestimmung

1. Aufgabenstellung:

Es soll der Thalliumgehalt von zwei verschiedenen Analysenlösungen durch Fällung mit radioaktivem $[Co(NH_3)_6]Cl_3$ und nachfolgender Aktivitätsmessung quantitativ bestimmt werden. Die Auswertung erfolgt durch Vergleichsfällung einer Probe mit bekanntem Thalliumgehalt.

2. Literatur: (36, 37, 38, 39)

3. Zubehör:

1 Wittscher Topf
2 Fritten mit Aufsatz
2 Spannfedern
3 Bechergläser 25 ml
2 " " 250 ml
2 Glasstäbe
1 Kochplatte
Filter (hart)
NH_4Cl-Lösung (1 %ig)
$KClO_3$-Lösung
3 %iges H_2O_2
Eisessig
Hexaminkobalttrichlorid-Lösung (aktiv)
Polyäthylenflasche mit verd. HCl
Zellstoff
1 kompl. Messanordnung
1 Ultrarot-Lampe

4. Einführung:

Die Thalliumbestimmung erfolgt nach einer Analysenmethode mit radicaktiven Reagenzien. Diese Methode erlaubt es, hochempfindliche Mikrobestimmungen besonders bei komplizierten Molekülen durchzuführen. Darüber hinaus ist man in

der Lage, auch solche Elemente radiometrisch zu bestimmen, von denen keine geeigneten Radionuklide zur Verfügung stehen. Für quantitative Bestimmungen mit Hilfe radioaktiver Reagenzien ist es erforderlich, dass die Reaktion praktisch vollkommen nach der gewünschten Seite verläuft und die stöchiometrischen Verhältnisse bekannt sind. In den meisten Fällen wird man mit Vergleichsproben arbeiten, so dass die Kenntnis der spezifischen Aktivitäten nicht erforderlich ist. Zur Umsatzbestimmung muss sich das Reaktionsprodukt leicht von den Ausgangsstoffen abtrennen lassen. Das geschieht am besten, wenn die Reaktionsprodukte als schwerlösliche Verbindungen ausfallen. Solche Reaktionen erfolgen nach dem Schema:

$$A + B \longrightarrow C.$$

Der zu bestimmende Stoff A wird mit einem Überschuss des radioaktiv markierten Stoffes B, dessen Gesamtaktivität bekannt ist, umgesetzt. Man kann den Niederschlag C abfiltrieren und direkt zur Messung bringen. Andererseits kann aber auch das Filtrat, in dem sich der nicht umgesetzte Teil des Stoffes B befindet, gemessen und anhand der Umsatzverhältnisse die Stoffmenge A berechnet werden.

Besondere Vorteile bringt die Analyse mit radioaktiven Reagenzien dort, wo sehr geringe Substanzmengen vorliegen oder die Trennung durch Begleitstoffe erschwert wird. Man kann in solchen Fällen den inaktiven Träger in gewünschter Menge zusetzen und die Reinabscheidung nach dem Prinzip der Isotopenverdünnungsanalyse vornehmen. Auch Titrationen lassen sich mittels radioaktiver Stoffe durchführen. Hier ist allerdings erforderlich, dass die sich bildenden Niederschläge gut kristallisieren und sich schnell absetzen.

Im Versuch sollen Mikromengen Thallium (0,2 - 3 mg) durch radioaktiv indiziertes $[Co(NH_3)_6]Cl_3$ als $[Co(NH_3)_6]\ TlCl_6$ gefällt und radiometrisch bestimmt werden. Solche Untersuchungen gewinnen heute immer mehr an Bedeutung, da Thallium

Declassified in Part - Sanitized Copy Approved for Release @ 50-Yr 2013/09/12 : CIA-RDP81-01043R002300240007-9

Declassified in Part - Sanitized Copy Approved for Release @ 50-Yr 2013/09/12 : CIA-RDP81-01043R002300240007-9

ähnliche toxische Wirkungen wie Arsen zeigt und quantitative Mikrobestimmungen von hohem Interesse sind.

5. Arbeitsanleitung:

Zu den beiden Analysenlösungen und der Vergleichslösung werden je 1 ml 1 %ige NH_4Cl-Lösung, 1 Tropfen verd. HCl (1:1) und 10 Tropfen Kaliumchloratlösung gegeben. Die Lösungen werden mindestens 20 Minuten auf einer Kochplatte im Sieden gehalten. Dabei wird das Thallium durch das Chlorat von der + einwertigen zur + dreiwertigen Stufe oxydiert. Es ist darauf zu achten, dass die Oxydation vollständig ist, da sonst falsche Analysenwerte erhalten werden!!

Oxydationsvorgang:

$$3\ Tl^{+} + ClO_3^{-} + 6H^{+} \longrightarrow 3\ Tl^{+3} + Cl^{-} + 3\ H_2O$$

Bei Ende der Oxydation soll das Flüssigkeitsvolumen etwa 1 ml, jedoch höchstens 1,5 ml betragen. Man lässt die Lösungen abkühlen und stellt die Bechergläser in eine mit Papier ausgelegte V2A-Schale. Nun gibt man unter dem Abzug tropfenweise die aktive $\left[Co(NH_3)_6\right]Cl_3$-Lösung zu, bis die Lösung eine ganz schwach orangerote Färbung bekommt. Nachdem sich der Niederschlag gebildet hat, lässt man ihn etwa 1 Stunde stehen.

Fällungsvorgang:

$$\left[Co(NH_3)_6\right]Cl_3 + TlCl_3 \longrightarrow \left[Co(NH_3)_6\right]TlCl_6$$

In der Zwischenzeit wird die Filtriereinrichtung (siehe Abb.27) vorbereitet. Der Niederschlag wird abfiltriert und mit 3 - 4 Portionen HCl gewaschen. Filter und Filteraufsatz werden in das Becherglas, in dem die Fällung vorgenommen wurde, gebracht, mit 3 %igem H_2O_2 und wenigen Tropfen Eisessig übergossen. Man erwärmt kurz, bis sich alles gelöst hat. Nachdem Filter, Aufsatz usw. gut mit

dest. Wasser abgespült worden sind, dampft man die Lösung im Becherglas auf 2 cm^3 ein. Dieser Rest wird in eine Al-Schale mit hohem Rand gespült und zur Trockene unter einer Ultrarot-Lampe eingedampft. Man bringt die Schälchen zur Messung und berechnet den Tl-Gehalt der Analysenlösungen.

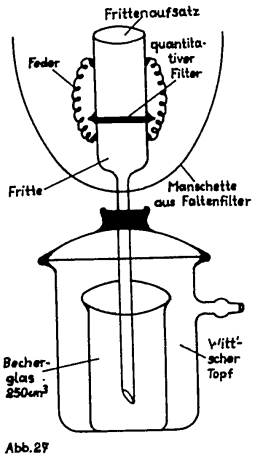


Abb.27

Declassified in Part - Sanitized Copy Approved for Release @ 50-Yr 2013/09/12 : CIA-RDP81-01043R002300240007-9

Declassified in Part - Sanitized Copy Approved for Release @ 50-Yr 2013/09/12 : CIA-RDP81-01043R002300240007-9

Versuch C-3: Bestimmung der Löslichkeit von $MgNH_4PO_4$

1. Aufgabenstellung:

1.1. Man bestimme die Löslichkeit des Magnesiumammoniumphosphats in Wasser bei Zimmertemperatur.

Die Bestimmung erfolgt in der Weise, dass ein radioaktiv indiziertes Phosphat mit äquimolaren Mengen Fällungsmittel ausgefällt wird. Dabei bleibt eine der Löslichkeit entsprechende Menge in Lösung. Durch eine zweite Trägerfällung gelingt es, den Rest praktisch quantitativ auszufällen und durch Aktivitätsvergleich der beiden Niederschläge die Löslichkeit des $MgNH_4PO_4$ zu ermitteln.

1.2. Es sollen Phosphatfällungen mit 2-, 4- und 20-fachem Überschuss des Fällungsmittels durchgeführt und der zur quantitativen Ausfällung benötigte Fällungsmittelüberschuss ermittelt werden. (Die meisten Analysenvorschriften benötigen einen 10-fachen Überschuss!)

2. Literatur: (40, 41, 42, 43, 44, 45)

3. Zubehör:

Radioaktive PO_4^{-3}-Lösung (trägerfrei 8000 Imp./min.ml)
inaktive Phosphatlösung (0,052 molar)
Magnesiumchloridlösung (0,1 molar)
NH_4Cl-Lösung (0,1 molar)
verd. Ammoniak (1 : 5)
verd. Ammoniak (1 : 10)
1 Pipette (1 ml)
1 Pipette (2 ml)
1 Pipette (10 ml)
Phenolphthaleinlösung
8 Bechergläser 100 ml

4 Bechergläser 50 ml
1 Witt'scher Topf
1 Fritte mit Zubehör
V2A-Schieber
Prenaband
Filter (hart)
1 kompl. Messanordnung

4. Einführung:

Die Löslichkeit sehr schwer löslicher Verbindungen lässt sich mit Hilfe von radioaktiven Indikatoren sehr genau bestimmen. Es kann dabei so verfahren werden, dass von einer radioaktiv markierten, schwerlöslichen Verbindung mit bekannter spezifischer Aktivität eine gesättigte Lösung hergestellt und die Aktivität eines aliquoten Teiles dieser Lösung ermittelt wird. Die Messungen können entweder mit der Lösung in einem Flüssigkeitszählrohr oder nach Eindampfen des Aliquots auf einem Meßschälchen mit einem Glockenzählrohr erfolgen.

Man kann aber auch so vorgehen, dass die schwerlösliche Verbindung mit äquimolaren Mengen Fällungsmittel in der Lösung erst gebildet und abfiltriert wird. Unter diesen Bedingungen bleibt eine der Löslichkeit des betreffenden Stoffes entsprechende Menge gelöst. Führt man nun eine 2. Trägerfällung durch, so wird praktisch die gesamte Restaktivität ausgefällt. Durch Aktivitätsvergleich kann die Löslichkeit berechnet werden. Im vorliegenden Versuch ist die Löslichkeit des $MgNH_4PO_4$ auf diese Weise zu bestimmen.

Zur Lösung einer bekannten Menge eines radioaktiven Phosphats B mit der Aktvität A, werden a Millimole Träger B zugegeben. Mit den entsprechenden Mengen des Fällungsmittels C fällt man die schwerlösliche Verbindung D aus. Dabei wird die Lösung auf V_1 ml aufgefüllt. Der Niederschlag D wird abfiltriert, gewaschen, getrocknet und die Aktivität A_1 bestimmt. Ein Teil der Aktivität bleibt im Filtrat zurück.

Declassified in Part - Sanitized Copy Approved for Release @ 50-Yr 2013/09/12 : CIA-RDP81-01043R002300240007-9

Declassified in Part - Sanitized Copy Approved for Release @ 50-Yr 2013/09/12 : CIA-RDP81-01043R002300240007-9

Zu diesem fügt man erneut a Millimole Träger B hinzu und fällt mit dem Reagenz C den Niederschlag D aus. Dabei wird die Lösung auf V_2 ml aufgefüllt. Der 2. Niederschlag D wird abfiltriert, getrocknet und die Aktivität A_2 bestimmt.

Wenn die Löslichkeit der Substanz D X Millimol/ml beträgt, so bleiben nach der ersten Fällung XV_1 Millimol gelöst. Im Niederschlag befinden sich demzufolge $a - XV_1$ Millimol D. Die Aktivität A_1 des 1. Niederschlags stellt nur einen Teil der Gesamtaktivität A dar:

$$A_1 = A \frac{a - XV_1}{a}.$$

Nach der zweiten Fällung enthält die Lösung XV_2 und der Niederschlag $a + XV_1 - XV_2$ Millimol D. Die Aktivität des 2. Niederschlages kann wie folgt ausgedrückt werden:

$$A_2 = \frac{AXV_1}{a} \cdot \frac{a + XV_1 - XV_2}{a + XV_1}.$$

Das Verhältnis der Aktivitäten des 1. zum 2. Niederschlag ist:

$$\beta = \frac{A_1}{A_2} = \frac{a^2 - X^2 V_1^2}{XV_1 \left[a + X (V_1 - V_2)\right]}$$

Dann ist:

$$X = \frac{-aV_1 \beta \pm \sqrt{a^2 \beta^2 V_1^2 + 4 a^2 V^1 \left[V_1 + \beta (V_1 - V_2)\right]}}{2 V_1 \left[V_1 + \beta (V_1 - V_2)\right]}$$

Erfolgt die Fällung immer aus gleichem Flüssigkeitsvolumen V, so vereinfacht sich die Formel wie folgt:

$$X = \frac{a (\sqrt{\beta^2 + 4}}{2 V}$$

5. Arbeitsanleitung:

5.1. Fällungsvorgang I

Es sollen 4 Magnesiumammoniumphosphatfällungen aus immer gleichen Flüssigkeitsvolumen von 50 ml unter völlig gleichen Arbeitsbedingungen aber unter Anwendung verschiedener Fällungsmittelmengen durchgeführt werden. Dabei sind folgende Substanzmengen bzw. Konzentrationen anzuwenden:

a) Fällung mit äquimolaren Mengen (zur Löslichkeitsbestimmung):
   Lösung 1: 2 ml 0,052 molare PO_4^{-3}-Lsg. (0,104 Millimol)
   1,04 ml 0,1 molare $MgCl_2$-Lsg.
   2,00 ml 0,1 " NH_4Cl-Lsg.

b) Fällung mit zweifachem Fällungsmittelüberschuss:
   Lösung 2: 2 ml 0,052 molare PO_4^{-3}-Lsg. (0,104 Millimol)
   2,08 ml 0,1 molare $MgCl_2$-Lsg.
   4,0 ml 0,1 " NH_4Cl-Lsg.

c) Fällung mit vierfachem Fällungsmittelüberschuss:
   Lösung 3: 2 ml 0,052 molare PO_4^{-3}-Lsg. (0,104 Millimol)
   4,16 ml 0,1 molare $MgCl_2$-Lsg.
   8,0 ml 0,1 " NH_4Cl-Lsg.

d) Fällung mit zwanzigfachem Fällungsmittelüberschuss:
   Lösung 4: 2 ml 0,052 molare PO_4^{-3}-Lsg. (0,104 Millimol)
   20,8 ml 0,1 molare $MgCl_2$-Lsg.
   25 ml 0,1 " NH_4Cl-Lsg.

In 4 graduierte 100 ml Bechergläser, die von 1 - 4 numeriert sind (Fettstift), bringt man je 2 ml inaktive Phosphatlösung. Nun wird den Lösungen eine bestimmte, vom Assistenten jeweils festzulegende Menge radioaktive (trägerfreie) Phosphatlösung zugegeben. Den Proben 1 - 3 werden noch 30 ml dest. Wasser zugefügt. In gleichlaufend numerierten 50 ml Bechergläsern bereitet man das Fällungsmittel ($MgCl_2$- und NH_4Cl-Lösung) nach den oben angegebenen

Declassified in Part - Sanitized Copy Approved for Release @ 50-Yr 2013/09/12 : CIA-RDP81-01043R002300240007-9

Declassified in Part - Sanitized Copy Approved for Release @ 50-Yr 2013/09/12 : CIA-RDP81-01043R002300240007-9

Mengen vor. Unter Rühren wird die Magnesiummixtur quantitativ zur Phosphatlösung gegeben. Nach der Zugabe von 3 Tropfen Phenolphthalein füllt man alle Proben mit dest. Wasser bis nahe an die 50 ml-Marke auf. Nun wird langsam, bis zur Rotfärbung der Lösung, verdünnter Ammoniak (1 : 5) zugegeben (tropfenweise). Man lässt den Niederschlag sich absetzen und filtriert nach 1 bis 2 Stunden. Der Niederschlag wird mit verd. NH_3 (1 : 10) gewaschen und bei 90° C getrocknet. Die getrockneten Substanzen einschliesslich Filter werden mit Prenaband auf V2A-Schieber geklebt und gemessen (Zählrate z_1). Man säuert die Filtrate mit HCl schwach an und dampft auf etwa 35 ml ein.

5.2. Fällungsvorgang II

Nun werden die Filtrate auf die 2. Fällung vorbereitet. Dazu werden den einzelnen Lösungen folgende Substanzmengen zugesetzt:

Filtrat 1:	2 ml	0,052 molare	Phosphat-Lsg. (inaktiv)
	4,16 ml	0,1 "	$MgCl_2$-Lsg.
	8,0 ml	0,1 "	NH_4Cl-Lsg.
Filtrat 2:	2 ml	0,052 molare	Phosphat-Lsg. (inaktiv)
	3,12 ml	0,1 "	$MgCl_2$-Lsg.
	6,0 ml	0,1 "	NH_4Cl-Lsg.
Filtrat 3:	2 ml	0,052 molare	Phosphat-Lsg. (inaktiv)
	1,04 ml	0,1 "	$MgCl_2$-Lsg.
	2,0 ml	0,1 "	NH_4Cl-Lsg.
Filtrat 4:	2 ml	0,052 molare	Phosphat-Lsg. (inaktiv)

Die Filtrate werden nun stark ammoniakalisch gemacht und mit dest. Wasser auf 50 ml aufgefüllt. Man rührt, bis sich ein gut kristalliner Niederschlag gebildet hat. Nachdem man eine Stunde gewartet hat, wird filtriert, getrocknet und wie schon beschrieben, die Zählrate z_2 bestimmt. Da alle Fällungen aus gleichen Volumen (50 ml) erfolgen,

kann die Löslichkeit X (Millimol/ml) nach

$$X = \frac{a\,(\sqrt{\beta^2 + 4}}{2\,V}$$

berechnet werden, wobei $\beta = \frac{z_1}{z_2} = \frac{A_1}{A_2}$ ist.

Die Löslichkeit des $MgNH_4PO_4 \cdot H_2O$ ist in Millimol/l und mg/100 ml anzugeben.

Die Ergebnisse sind in übersichtlicher Form zusammenzustellen

Declassified in Part - Sanitized Copy Approved for Release @ 50-Yr 2013/09/12 : CIA-RDP81-01043R002300240007-9

Declassified in Part - Sanitized Copy Approved for Release @ 50-Yr 2013/09/12 : CIA-RDP81-01043R002300240007-9

Versuch C-4: Radiometrische Kaliumbestimmung

1. Aufgabenstellung:

   1.1. Es ist die Zählrate in Abhängigkeit vom Kaliumkarbonatgehalt verschiedener Lösungen zu bestimmen und eine Eichkurve zu zeichnen.

   1.2. Der Kaliumgehalt von zwei Lösungen ist anhand der Eichkurve zu ermitteln.

   1.3. Die Beeinflussung der Zählrate einer KCl-Lösung durch Fremdionenzusatz ($ZnSO_4$) ist zu untersuchen.

2. Literatur: (46, 47, 48)

3. Zubehör:

   Kaliumkarbonatlösung (60%ig)
   Kaliumchloridlösung
   Zinksulfat
   6 Messkolben (50 ml)
   2 Messpipetten (10 und 15 ml)
   Waage mit Gewichtssatz
   1 kompl. Messanordnung

4. Einführung:

In der Natur findet man neben den Elementen der natürlichen radioaktiven Zerfallsreihen noch eine Reihe Elemente mit radioaktiven Isotopen. Bis heute sind solche Nuklide vom Kalium, Rubidium, Indium, Wolfram, Rhenium, Neodym, Samarium, Cassiopeium und Platin bekannt. Alle diese Radioisotope haben, mit Ausnahme von Kalium, Halbwertzeiten von über 10^{10} Jahren. Sie sind nur mit sehr empfindlichen Methoden nachzuweisen und kommen für analytische Untersuchungen (Ausnahme Kalium) nicht in Frage.

Natürliches Kalium besteht aus drei Isotopen:

K^{39} mit einem Anteil von 93,260 %
K^{40} " " " " 0,011 %
K^{41} " " " " 6,729 %

Von diesen drei Isotopen ist nur das Kalium-40 radioaktiv. Es zerfällt mit einer Halbwertzeit von $1{,}3 \cdot 10^9$ Jahren. Etwa 88 % der Zerfallsprozesse führen unter β^--Emission (Maximalenergie = 1,325 MeV) zum Calzium-40. 12 % gehen durch K-Einfang in Argon-40 über. Dabei wird eine γ-Strahlung von 1,46 MeV emittiert. (Zerfallsschema Abb. 28)

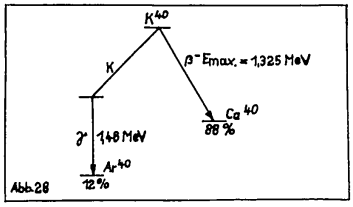


Abb. 28

(Man berechne, wieviel ß-Zerfälle pro Minute in einem Gramm natürlichem Kalium erfolgen und bestimme die Empfindlichkeit der Messanordnung.)

Da die Isotopenzusammensetzung des Kaliums unabhängig vom Fundort stets gleich ist, kann man die vom K^{40} ausgesandte ß-Strahlung zur quantitativen Bestimmung des Kaliumgehaltes von Kalisalzen oder kaliumhaltigen Lösungen benutzen. Solche Methoden sind für den Kali-Bergbau, die Zementindustrie und andere Kaliumsalze verarbeitenden Industrien von Interesse. Sie eignen sich infolge der Einfachheit des radiometrischen Verfahrens für industrielle Schnellbestimmungen.

Da die spezifische Aktivität sehr gering ist, müssen möglichst konzentrierte Lösungen oder grosse Messproben ver-

Declassified in Part - Sanitized Copy Approved for Release @ 50-Yr 2013/09/12 : CIA-RDP81-01043R002300240007-9

Declassified in Part - Sanitized Copy Approved for Release @ 50-Yr 2013/09/12 : CIA-RDP81-01043R002300240007-9

wandt werden. Unter Umständen können Spezialzählrohre, die bei einer Messdauer von 5 min immerhin eine Analysengenauigkeit von ± 0,5 % liefern, eingesetzt werden. In solchen Fällen ist die radiometrische Kaliumanalyse den sonst in Kali-Betrieben üblichen, rein chemischen Methoden durchaus überlegen. Weiterhin ist man nicht an Laboratorien etc. gebunden und kann die Messung allerorts in sehr kurzer Zeit durchführen.

Bei sehr genauen Bestimmungen des Kaligehaltes müssen Beimischungen von Fremdsalzen berücksichtigt werden. Es können sich dann erhebliche Abweichungen in der Proportionalität zwischen gemessener Zählrate und dem Kaliumgehalt ergeben. Durch solche Mischkomponenten erhöht sich z. B. die Dichte einer Kalilösung, was eine stärkere selektive Absorption der ß-Strahlung innerhalb der Flüssigkeit zur Folge hat. Besonders die Komponenten mit hohem Atomgewicht haben hier einen starken Einfluss. Bei Messungen an festen Salzen spielt neben den Verunreinigungen auch die Korngrösse des Salzes eine grosse Rolle.

5. Arbeitsanleitung:

5.1. Aufstellung einer Eichkurve

Zunächst werden Einsatz- und Arbeitsspannung des Flüssigkeitszählrohres experimentell festgestellt. (Arbeitsspannung 80 Volt über Einsatzspannung.)

Durch entsprechende Verdünnung einer 60 %igen $K_2CO_3 \cdot 2H_2O$-Lösung stellt man sich je eine 7-, 15-, 20-, 30-, 40- und 50 %ige Lösung her. Nun werden die einzelnen Lösungen im Flüssigkeitszählrohr gemessen und die Ergebnisse in einer Eichkurve zusammengefasst. (Abszisse: $K_2CO_3 \cdot 2\,H_2O$-Konzentration in Prozenten; Ordinate: Imp./min) Es ist ratsam, die Messungen mit den stark verdünnten Lösungen zu beginnen (warum?). Man achte darauf, dass immer die gleiche Flüssigkeitsmenge eingefüllt wird. (Vergleiche Versuch C-5.) Nach jeder Messung muss der Nullwert (in Zählrohr dest. Wasser) bestimmt werden!! Ebenso soll vor jeder Messung das Zählrohr mit der zu messenden Lösung gut ausgespült werden.

5.2. Kalianalyse

Die beiden Analysenlösungen werden genau wie oben beschrieben in ein Flüssigkeitszählrohr gebracht und gemessen. Mittels der Zählraten lässt sich der $K_2CO_3 \cdot H_2O$-Gehalt (%) der Analysenlösungen aus der Eichkurve ablesen.

5.3. Einfluss von $ZnSO_4$-Zusätzen auf die Zählrate

Zu 50 ml einer 10 %igen KCl-Lösung werden 2, 4, 6, 8, 10, 12, 14 und 15 g $ZnSO_4$ zugesetzt und die einzelnen Lösungen im Flüssigkeitszählrohr wie oben gemessen. (Die Zahlen geben jeweils die Gesamtmenge $ZnSO_4$ in der KCl-Lösung an.)

Die Ergebnisse sind graphisch darzustellen. (Abszisse: Gramm $ZnSO_4$; Ordinate: Zählrate.)

Declassified in Part - Sanitized Copy Approved for Release @ 50-Yr 2013/09/12 : CIA-RDP81-01043R002300240007-9

Declassified in Part - Sanitized Copy Approved for Release @ 50-Yr 2013/09/12 : CIA-RDP81-01043R002300240007-9

Versuch C-5: Radiometrische Volumen- und Konzentrationsbestimmung

1. Aufgabenstellung:

1.1. Um die Funktion eines Flüssigkeitszählrohres und die durch Volumenänderung bedingten Messfehler kennenzulernen, soll die Zählrate in Abhängigkeit von der Einfüllhöhe des Zählrohrs ermittelt werden. Man stelle die Ergebnisse graphisch dar. (Abszisse = Füllhöhe (ml); Ordinate = Zählrate.)

1.2. Es soll das Volumen einer gegebenen Wassermenge radiometrisch bestimmt werden. Dazu wird eine bekannte P^{32}-Aktivität der Flüssigkeit beigemischt und ein bestimmtes Teil-Volumen in einem Flüssigkeitszählrohr gemessen.

1.3. Man ermittle die Phosphatkonzentrationen (in g/l) von zwei unbekannten $Na_2H\ PO_4$-Lösungen.

2. Literatur: (8)

3. Zubehör:

1 Flüssigkeitszählrohr
1 Pipette (15 ml)
1 Pipette (1 ml)
2 inaktive Phosphatlösungen
1 aktive Phosphatlösung
Gefäss mit unbekanntem Flüssigkeitsvolumen
2 Bechergläser (25 ml)
Zellstoff
1 kompl. Messanordnung

4. Einführung:

4.1. Volumenbestimmung

Oft ist es von Interesse, die Ausdehnung und das Flüssigkeitsvolumen schwer zugänglicher Gewässer, wie sie etwa in unterirdischen Kanälen vorliegen, zu bestimmen. Durch radioaktive Zusätze sind solche Volumen mit grosser Genauigkeit zu ermitteln. Die Methode hat ausserdem den Vorteil, dass chemische Veränderungen - wie sie beispielsweise durch Kleinlebewesen bei Untersuchungen mit Farbstoffen in Abwässern hervorgerufen werden - den Vorgang nicht stören. Bei Verwendung genügend grosser spezifischer Aktivitäten kann die Messung mittels Tauchzählrohren im Gesamtvolumen erfolgen.

Besonders in der Medizin haben Volumenbestimmungen mit Radionukliden bei Blutvolumen- und Totalkörperwasserbestimmungen grosse Bedeutung erlangt. Die übliche Methode zur Bestimmung des Blutvolumens besteht in der Injektion einer Substanz (meist eines Farbstoffes) in den Kreislauf. Nach völliger Durchmischung wird eine Blutprobe entnommen, die Verdünnung der injizierten Substanz bestimmt und das Plasmavolumen berechnet. Die Farbstoffe zeigen eine Reihe Nachteile, da sie alle mehr oder weniger stark aus den Blutgefässen in das Gewebe übertreten. Dadurch erhält man einen zu grossen Verdünnungsfaktor und es wird ein viel zu grosses Plasmavolumen berechnet. Aus diesen Gründen ist man dazu übergegangen, die Volumenbestimmung mit radioaktiv indizierten Blutbestandteilen, die solche Effekte nicht zeigen, durchzuführen.

Das Totalkörperwasser kann analog dem Plasmavolumen oder dem extrazellulären Volumen aus der Verdünnung eines injizierten Stoffes ermittelt werden. Zu diesem Zweck kann Antipyrin oder N-Acetyl-4-aminoantipyrin verwendet werden. Die Genauigkeit der Methode wird aber auch hier durch metabolischen Abbau, Bindung des Antipyrins an Plasmaproteine und der analytischen Erfassungsgrenze des Antipyrins stark

Declassified in Part - Sanitized Copy Approved for Release @ 50-Yr 2013/09/12 : CIA-RDP81-01043R002300240007-9

Declassified in Part - Sanitized Copy Approved for Release @ 50-Yr 2013/09/12 : CIA-RDP81-01043R002300240007-9

herabgesetzt. Als ideales Verdünnungsmittel für solche Körperwasserbestimmungen hat sich tritiummarkiertes Wasser (H_2^3O) erwiesen.

Zur erfolgreichen Durchführung von radiometrischen Volumenbestimmungen sind bestimmte Voraussetzungen nötig:

a) Das Radionuklid muss in der betreffenden Flüssigkeit sehr gut löslich sein.

b) Vor der Probenentnahme muss restlose Durchmischung erfolgt sein.

c) Es muss eine lineare Beziehung zwischen der Aktivität und der Grösse des Flüssigkeitsvolumens bestehen.

Unter diesen Bedingungen kann das unbekannte Volumen nach sehr einfachen Formeln berechnet werden.

Mischt man eine Lösung mit dem Volumen V_1 und der spezifischen Aktivität A_1 mit einem Volumen V_x einer Flüssigkeit, so erhält man eine Lösung mit der spez. Aktivität A_x. Dann gilt die Gleichung:

$$V_1 A_1 = (V_1 + V_x) A_x.$$

Daraus lässt sich das unbekannte Volumen V_x berechnen:

$$V_x = V_1 \left(\frac{A_1}{A_x} - 1\right).$$

In den meisten Fällen ist $V_x \gg V_1$ und $A_1 \gg A_x$, so dass eine vereinfachte Beziehung angewandt werden kann:

$$V_x = V_1 \left(\frac{A_1}{A_x}\right).$$

Sind die spezifischen Aktivitäten nicht bekannt, so lassen sich auch die Zählraten zur Bestimmung von V_x verwenden.

$$V_x = V_1 \left(\frac{z_1}{z_x}\right).$$

z_1 = Zählrate des Volumens V_1 (15 ml)

z_x = Zählrate eines aliquoten Teiles des Volumens V_x (15 ml)

4.2. Radiometrische Konzentrationsbestimmung

Die Versuche gehorchen den gleichen Prinzipien wie die Volumenbestimmung. Es muss aber darauf hingewiesen werden, dass bei sehr hohen Konzentrationen keine Proportionalität mehr zwischen gemessener Aktivität und der Konzentration der Lösung besteht. (Vergl. Versuch C-4: Radiometrische Kaliumbestimmung.) In den hier zu untersuchenden Konzentrationsbereichen herrscht lineare Abhängigkeit.

5. Arbeitsanleitung:

5.1. Abhängigkeit der Zählrate von der Einfüllhöhe eines Flüssigkeitszählrohres

In ein Flüssigkeitszählrohr, dessen Nullwert sehr genau gemessen ist, bringt man 1 ml dest. Wasser und 1 ml einer aktiven Phosphatlösung und misst die Zählrate (Messdauer etwa 10 min). Nun wird mit einer Pipette 1 ml dest. Wasser zugegeben und die Zählrate erneut ermittelt. Dieser Arbeitsgang wird so lange wiederholt, bis die grösste Füllhöhe (15 - 16 ml) erreicht ist. Die erhaltenen Messwerte werden gegen die Füllhöhe (ml) aufgetragen.

In welchem Bereich ist die Volumenabhängigkeit der Zählrate am geringsten?

Was lässt sich daraus folgern?

5.2. Radiometrische Volumenbestimmung

Nach sorgfältiger Reinigung des Flüssigkeitszählrohres werden ca. 15 ml dest. Wasser eingefüllt und der Nullwert bestimmt. (Vor jeder Messung ist das Zählrohr aussen mit Zellstoff von jeglichen Flüssigkeitsresten zu befreien.) Nun werden dem unbekannten Flüssigkeitsvolumen 15 ml entnommen. 1 ml dieser entnommenen Flüssigkeit wird durch 1 ml aktive Phosphatlösung ersetzt. Man mischt gut durch, füllt alles in das Zählrohr und bestimmt die Zählrate dieser Lösung. Nun gibt man die Zählrohrfüllung wieder zur unbekannten Lö-

Declassified in Part - Sanitized Copy Approved for Release @ 50-Yr 2013/09/12 : CIA-RDP81-01043R002300240007-9

Declassified in Part - Sanitized Copy Approved for Release @ 50-Yr 2013/09/12 : CIA-RDP81-01043R002300240007-9

sung zurück und mischt gut durch. (Zählrohr gut ausspülen!) Nachdem der Nullwert wieder kontrolliert ist, werden dem zu bestimmenden Flüssigkeitsvolumen 15 ml entnommen und ihre Aktivität gemessen. Schliesslich berechnet man das unbekannte Flüssigkeitsvolumen nach der oben angegebenen Formel.

5.3. Radiometrische Konzentrationsbestimmung

Aus einer 0,5 n radioaktiven Na_2HPO_4-Lösung wird 1 ml abpipettiert, in ein Flüssigkeitszählrohr gebracht, mit dest. Wasser auf 15 ml aufgefüllt und die Zählrate gemessen. Man reinigt das Zählrohr und bestimmt den Nullwert. Von den beiden Phosphatlösungen unbekannter Konzentration werden je 15 ml in gleicher Weise gemessen. Durch Aktivitätsvergleich mit der Standardlösung kann die Phosphatkonzentration (g/l) der unbekannten Lösung berechnet werden. Die spez. Aktivitäten (Aktivität / g Substanz) der gelösten Phosphate sind bei allen Lösungen gleich.

Versuch C-6: Cäsium-137/Barium-137 Trennung

1. Aufgabenstellung:

   1.1. Barium-137 ($T_{1/2}$ = 2,5 min) soll durch Trägerfällung als Chromat von seiner Muttersubstanz Cäsium-137 abgetrennt werden.

   1.2. Man verfolge den Aktivitätsabfall und bestimme die Halbwertzeit des Ba^{137}. - Bei sehr hohen Zählraten weichen die gemessenen Werte (z) von der theoretisch zu erwartenden Abfallskurve stark ab. Man ermittle die wahren Zählraten (z_w) graphisch und berechne die "over-all-correction-factors". Diese Korrekturfaktoren sind gegen die gemessenen Zählraten z graphisch darzustellen.

2. Literatur: (1, 13, 49, 50)

3. Zubehör:

   $BaCl_2$-Lösung (50 mg Ba/ml)
   CsCl-Träger-Lösung (10 mg/ml)
   aktive Cs^{137}-Lösung ($\sim$ 10 µC/ml)
   Essigsäure (verd.)
   Natriumacetat
   Biochromatlösung
   Äther
   Salzsäure (3 %ig)
   1 Witt'scher Topf
   1 Glasnutsche
   2 Spannfedern
   Filter (hart)
   Pinzette
   3 Bechergläser
   1 Becherglas (200 ml)
   2 Glasstäbe
   2 Porzellan- bzw. Glasschälchen

Declassified in Part - Sanitized Copy Approved for Release @ 50-Yr 2013/09/12 : CIA-RDP81-01043R002300240007-9

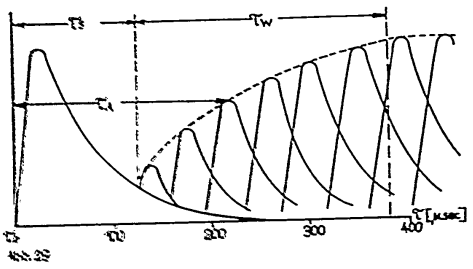
Declassified in Part - Sanitized Copy Approved for Release @ 50-Yr 2013/09/12 : CIA-RDP81-01043R002300240007-9

2 Al-Moßschälchen mit Ring
1 Kochplatte
1 kompl. Messanordnung

4. Einführung:

(Siehe auch Versuche P-1 und P-2.)

Wird ein GEIGER-MÜLLER-Zählrohr z. B. durch ein radioaktives Teilchen zum Zeitpunkt τ_0 gezündet, so sinkt die Spannung am Zählrohr ab. Das Zählrohr ist für eine gewisse Zeit, der Sperrzeit ode Totzeit τ_S (ungefähr 200 μ sec) für den Nachweis weiterer Strahlen unempfindlich. (Abb. 29)



Nach dieser Zeit ist die Feldstärke an der Anodenoberfläche wieder so weit angestiegen, dass weitere Strahlen das Zählrohr von neuem zünden können. Die Impulsamplituden sind jedoch zunächst noch klein. Erst nach Erreichen der normalen Feldstärke an der Anodenoberfläche wird die normale Impulsamplitude wieder erreicht. Das Zeitintervall τ_w zwischen der Wiederzündung der Entladung und der Wiederherstellung der normalen Feldstärke wird Wiedererholungszeit (engl. recovery time) genannt. Um einen Verstärker zum Ansprechen zu

bringen ist eine Mindestamplitude notwendig. Das Zeitintervall zwischen der Zündung und dem Zeitpunkt, zu welchem diese Mindestamplitude U_{min} erreicht ist, wird Auflösungszeit τ_A (engl. resolving time) genannt.

Die Auflösungszeit τ_A ist etwas länger als die Sperrzeit, fällt jedoch bei Verwendung empfindlicher Verstärker nahezu mit der Totzeit des Zählrohres zusammen.

Hinzu kommt nun noch, dass ein Impulsverstärker selbst auch ein begrenztes Auflösungsvermögen besitzt (ebenso Untersetzer, Zählwerk). Wenn auch im allgemeinen bei Zählrohrapparaturen das Auflösungsvermögen im elektronischen Teil besser als im Zählrohr ist, so gibt es auch Fälle (z. B. Szintillationszähler), wo der Zähler besser auflöst als der Verstärker.

In der Praxis interessiert hauptsächlich das Auflösungsvermögen der gesamten Messanordnung.

Man kann z. B. die Zählverluste die durch das Auflösungsvermögen der gesamten Messanordnung auftreten in Abhängigkeit von der registrierten Zählrate bestimmen und die Gesamtkorrekturfaktoren (over-all-correction-factors) ermitteln. Hierzu eignet sich die Aufnahme der Zerfallskurve eines relativ starken Präparates mit einer möglichst kurzen und sehr genau bekannten Halbwertzeit. Ein solches Radionuklid ist das Ba^{137} mit der Halbwertzeit von 2,6 min. Man trennt es in reiner Form von seiner Muttersubstanz Cs^{137} ab und verfolgt den Aktivitätsabfall. Die Zerfallskurve gehorcht dem Exponentialgesetz und ergibt in halblogarithmischer Darstellung eine Gerade (Abb. 30).

Declassified in Part - Sanitized Copy Approved for Release @ 50-Yr 2013/09/12 : CIA-RDP81-01043R002300240007-9

Declassified in Part - Sanitized Copy Approved for Release @ 50-Yr 2013/09/12 : CIA-RDP81-01043R002300240007-9

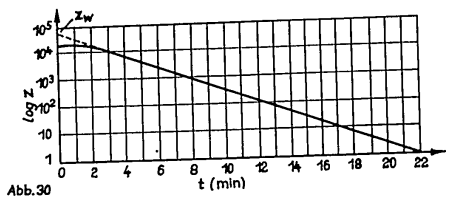


Abb.30

Nur im Bereich sehr hoher Zählraten (über 20 000 Imp./min) weicht die gemessene Kurve von der Geraden ab. Durch Verlängerung des unteren, geradlinigen Teiles der Abfallskurve lässt sich die wahre Zählrate z_w graphisch ermitteln. Rechnet man nun den Korrekturfaktor $g = \frac{z_w}{z}$ aus und trägt ihn gegen die gemessene Zählrate z auf, so wird ein Nomogramm erhalten, mit dessen Hilfe man für jede Zählrate z das entsprechende z_w berechnen kann.

5. Arbeitsanleitung:

Da die Halbwertzeit des Ba^{137} nur 2,6 min beträgt, muss sehr rasch gearbeitet werden. Die Messungen sollten 3 - 4 Minuten nach der ersten Fällung beginnen! Deshalb müssen alle Arbeitsgänge gründlich überlegt und die Reagenzien, Arbeitsgeräte, Messanordnung usw. gut vorbereitet sein.

5.1. Abtrennung des Ba^{137} vom Cs^{137}

Der $Ba^{137}CrO_4$-Niederschlag muss zweimal umgefällt werden, um mitgerissene Cs^{137}-Aktivität restlos zu entfernen. 2 ml der BaCl-Lösung (inaktiv), 1 ml Cäsium-Trägerlösung und 1 ml der radioaktiven Cs^{137}-Lösung werden in ein Becherglas gebracht. Dann gibt man 3 Tropfen Essigsäure, ca. 1 g Natriumacetat zu und füllt mit dest. Wasser auf 25 ml auf. Die

Lösung wird erwärmt und das Barium mit Kaliumbichromatlösung als $BaCrO_4$ gefällt. Den Niederschlag saugt man über ein hartes Filter ab, wäscht mit etwas dest. Wasser und bringt ihn mit Filter in ein bereitstehendes 100 ml Becherglas (breit), das 1 ml Cs-Trägerlösung und 10 ml 3 %ige siedende HCl enthält. Der Filteraufsatz wird ebenfalls mit dem unteren Ende kurz in die siedende Lösung getaucht. Wenn sich der Niederschlag gelöst hat, zieht man das Filterpapier mit einer Pinzette aus der Lösung und spült reichlich mit dest. Wasser ab. Dabei wird die Lösung auf ca. 25 ml aufgefüllt. Man nimmt das Becherglas vom Kocher, gibt 1 Tropfen Bichromatlösung und ca. 5 g festes Natriumacetat zu. Der sich bildende $BaCrO_4$-Niederschlag wird wie oben abfiltriert und gewaschen. Nun wird auf die oben beschriebene Weise nochmals umgefällt. Der Niederschlag (3. Fällung) wird mit 5 bis 10 ml Äther getrocknet und auf einem Al-Schälchen zur Messung gebracht.

5.2. Durchführung der Messung und Auswertung

Die Abfallskurve wird aufgenommen, indem die Zählraten zunächst aller 15 sec und später aller 30 bzw. 60 sec bestimmt werden. Der Aktivitätsabfall ist über 10 Halbwertzeiten zu verfolgen. Die gemessenen Zählraten werden auf halblogarithmischem Papier (4 Potenzen) gegen die Zeit aufgetragen. Die wahren Zählraten sind, wie in 4 beschrieben, graphisch zu ermitteln. Die Halbwertzeit ist der wahren Abfallskurve zu entnehmen.

Um sichtbare Abweichungen zwischen z_w und z feststellen zu können, sollen zu Beginn der Messung etwa 35 000 - 40 000 Imp./min gezählt werden. Nun rechnet man für etwa 8 verschiedene Zählraten die Korrekturfaktoren $g = \frac{z_w}{z}$ aus und trägt sie gegen die gemessenen Zählraten (z) auf.

Der Verlauf der gemessenen Abfallskurve richtet sich (vor allen Dingen für hohe Zählraten) nach dem Auflösungsvermögen der gesamten Messanordnung. Wird dieses z. B. durch

Declassified in Part - Sanitized Copy Approved for Release @ 50-Yr 2013/09/12 : CIA-RDP81-01043R002300240007-9

Declassified in Part - Sanitized Copy Approved for Release @ 50-Yr 2013/09/12 : CIA-RDP81-01043R002300240007-9

Verändern der Verstärkerempfindlichkeit schlechter, so wird die Abweichung der gemessenen von der wahren Abfallskurve grösser.

Man wiederhole den Abtrennvorgang und nehme eine Abfallskurve der Ba^{137}-Aktivität mit einer anderen Verstärkereinstellung auf.

6. Ergänzungen:

Da man von einer relativ grossen Cs^{137}-Aktivität ausgeht, muss sehr sauber gearbeitet werden. Es soll immer in mit Papier ausgelegten V2A-Schalen gearbeitet werden. Wegen der grossen Halbwertzeit des Cs^{137} (33 Jahre) sind Kontaminationen zu vermeiden. Sämtliche Rückstände sind in bereitstehende Flaschen zu geben.

Versuch C-7: Abtrennung von UX_2 (Pa-234) aus Uran

1. Aufgabenstellung:

Protaktinium-234 (UX_2) soll vom Thorium-234 (UX_1) und vom Uran-238 (UI) abgetrennt werden. Man führe zwei Fällungen, einmal mit und einmal ohne Thorium-Rückhalteträger, durch. Aus den Abfallskurven ist die Halbwertzeit des Pa^{234} zu bestimmen. Die Trennfaktoren der beiden Trennungen (Th/Pa) sind zu ermitteln.

2. Literatur: (15, 51, 52, 53)

3. Zubehör:

10 ml Uranylnitrat-Lösung mit Thorium-Rückhalteträger (90 mg $UO_2(NO_3)_2 \cdot 6\ H_2O$; 5 mg $Th(NO_3)_4 \cdot 4\ H_2O$; 90 mg $Na_2H\ PO_4 \cdot 2\ H_2O$ in verd. HCl)
10 ml Uranylnitrat-Lösung ohne Thorium-Rückhalteträger (90 mg $UO_2(NO_3)_2 \cdot 6\ H_2O$; 90 mg $Na_2HPO_4 \cdot 2\ H_2O$ in verd. HCl)
Zirkonylchloridlösung (20 mg $ZrOCl_2$/ml in verd. HCl)
4 n Salzsäure
2 Glasstäbe
2 Bechergläser (50 ml)
2 Bechergläser (200 ml)
1 Witt'scher Topf
1 grobporige Fritte (G 1)
Filter
2 V2A-Schieber
Prenaband
1 Kochplatte oder Brenner
1 kompl. Messanordnung

4. Einführung:

Th^{234} und Pa^{234} sind radioaktive Folgeprodukte des U^{238}
U^{238} ist der Stammvater der Uran-Radium-Reihe, einer der

Declassified in Part - Sanitized Copy Approved for Release @ 50-Yr 2013/09/12 : CIA-RDP81-01043R002300240007-9

Declassified in Part - Sanitized Copy Approved for Release @ 50-Yr 2013/09/12 : CIA-RDP81-01043R002300240007-9

drei in der Natur vorkommenden radioaktiven Zerfallsreihen.

$$U_{92}^{238}\ (UI) \xrightarrow[4{,}5.10^{9}a]{\alpha} Th_{90}^{234}\ (UX_1) \xrightarrow[24{,}1\ d]{\beta} Pa_{91}^{234}$$

$$(UX_2) \xrightarrow[1{,}14\ min]{\beta} U_{92}^{234}\ (UII)\ usw.$$

Im radioaktiven Gleichgewicht enthalten 10 000 kg Uran nur $4{,}7 \cdot 10^{-10}$ g Pa^{234}. Das Protaktinium ist demzufolge in den hier zur Verwendung kommenden Uranylnitratlösungen nur in gewichtsloser Menge vorhanden. Für irgendwelche Fällungen von schwerlöslichen Protaktiniumverbindungen aus der Lösung reicht die Konzentration selbst bei grossem Überschuss des Fällungsmittels nicht aus, das Löslichkeitsprodukt der entsprechenden Pa-Verbindung zu überschreiten. Man muss deshalb die Abtrennung in anderer Weise vornehmen. Relativ einfach liegen die Verhältnisse, wenn das radioaktive Ion nicht trägerfrei abgetrennt werden muss. Man setzt dann einen dem Radionuklid isotopen, inaktiven Träger zu und fällt es auf diese Weise mit aus. Es ist darauf zu achten, dass die Trägersubstanz in der gleichen chemischen Form wie das Radioelement vorliegt. Soll das Radionuklid trägerfrei oder trägerarm erhalten werden, so muss man einen nichtisotopen Träger verwenden, den man später leicht wieder abtrennen kann. Die Gesetzmässigkeiten solcher Trägerfällungen wurden von FAJANS und PANETH in Regeln zusammengefasst.

Nachdem man eine Anzahl Ausnahmen der FAJANS'schen Fällungs- und PANETH'schen Adsorptionsregeln fand. stellte O. HAHN einen Fällungs- und einen Adsorptionssatz auf, die allgemeine Gültigkeit besitzen.

Der Fällungssatz lautet:

Ein Element wird aus beliebig grosser Verdünnung mit einem kristallisierenden Niederschlag gefällt, wenn es in das Kristallgitter des Niederschlages eingebaut wird. Sonst bleibt es in Lösung, auch wenn das Element mit dem Fällungsreagenz in dem betreffenden Lösungsmittel in Makrokonzentrationen einen schwerlöslichen Niederschlag geben würde.

Der HAHN'sche Adsorptionssatz (siehe auch Versuch C-16) lautet:

Ein Element wird aus beliebiger Verdünnung an einem Niederschlag gut adsorbiert, wenn der Niederschlag eine dem Ion des zu adsorbierenden Elementes entgegengesetzte Ladung trägt und wenn die sich bildende Verbindung im betreffenden Lösungsmittel schwer löslich ist.

Die Ladung von Salzniederschlägen wird durch die im Überschuss vorhandenen Ionen bestimmt. Sie sind sehr fest an den Kristallen adsorbiert.

Im vorliegenden Versuch wird zunächst aus einer $ZrOCl_2$-Lösung mit Na_2HPO_4 Zirkoniumphosphat ausgefällt

$$3\ Zr^{+4} + 4\ PO_4^{-3} \longrightarrow Zr_3\ (PO_4)_4.$$

Da ein Überschuss an PO_4^{-3}-Ionen angewendet wird, ist der Niederschlag negativ geladen. - Die Th- und Pa-Ionen sind dem Zr verwandt (4. und 5. Nebengruppe des period. Systems) und bilden mit PO_4-Ionen ebenfalls schwerlösliche Phosphate. - Die in der Lösung noch vorhandenen Th^{234}- und Pa^{234}-Ionen werden demzufolge als schwerlösliche Phosphate an dem Zirkoniumphosphatniederschlag sehr gut adsorbiert.

Da aber auch das Pa^{234} vom Th^{234} abgetrennt werden soll, ist die Mitfällung des Radiothoriums nicht erwünscht. Durch Zusatz eines Thoriumrückhalteträgers (eine relativ grosse Menge Th^{232}) schaltet man die Mitfällung des UX_1 (Th^{234}) praktisch aus. Die Rückhalteträgerionen werden wie das Radionuklid am Niederschlag adsorbiert. Sie verdrängen dann die gewichtslosen Mengen des Th^{234} (UX_1) praktisch von der Oberfläche des $Zr_3(PO_4)_4$-Niederschlages. Die adsorbierten Mengen des Rückhalteträgers sind meist so klein, dass sie

Declassified in Part - Sanitized Copy Approved for Release @ 50-Yr 2013/09/12 : CIA-RDP81-01043R002300240007-9

Declassified in Part - Sanitized Copy Approved for Release @ 50-Yr 2013/09/12 : CIA-RDP81-01043R002300240007-9

die weiteren Untersuchungen nicht stören. (Im Versuch bleiben die Nachfolgeprodukte des Th^{232} unberücksichtigt!)

5. Arbeitsanleitung:

Da das Protaktinium nur eine sehr kurze Halbwertzeit von 1,14 min hat, müssen die Trennungen sehr gut vorbereitet werden. Die Messungen sollen spätestens 1½ Minuten nach der Abtrennung beginnen. Man gibt 10 ml der thoriumträgerhaltigen Uranlösung in ein Becherglas (50 ml) und erwärmt zum Sieden. Nun werden einige Tropfen (10 - 12) Zirkonylchloridlösung zugegeben und der sich bildende Niederschlag nach 10 bis 20 Sekunden abfiltriert. Man wäscht den Niederschlag mit verd. HCl (4 n), klebt das Filter mit Prenaband auf einen V2A-Schieber und misst den Aktivitätsabfall mit einem Glockenzählrohr.

Aus der zweiten Uranylnitratlösung, die keinen Thoriumrückhalteträger enthält, wird ebenfalls ein Zirkonphosphatniederschlag ausgefällt. Man arbeitet wie oben beschrieben, bringt den Niederschlag zur Messung und verfolgt den Aktivitätsabfall in der gleichen Weise.

Die Filtrate werden zunächst aufgehoben. Wenn die Trennungen nicht gelungen sind, kann nach wenigen Minuten eine weitere Abtrennung erfolgen. Bis dahin hat sich genügend Pa^{234}-Aktivität nachgebildet.

Die Messergebnisse werden auf halblogarithmischem Papier aufgetragen. Nun ermittelt man die Abfallskurven des Pa^{234} und bestimmt seine Halbwertzeit. Die Trennfaktoren (Angabe in %) sind ebenfalls graphisch zu ermitteln.

Alle Rückstände sind in Flaschen zu sammeln!

Versuch C-8: Trägerfreie Abtrennung von UX_1 (Th^{234}) aus Uranylnitrat

1. Aufgabenstellung:

Das im käuflichen Uranylnitrat befindliche Thoriumisotop UX_1, welches sich durch α-Zerfall des U^{238} gebildet hat, soll durch eine Solvent-Extraktion mit Äther angereichert werden. Um das UX_1 rein und trägerfrei zu erhalten, wird es mittels einer Ionenaustauschersäule vom restlichen Uranylnitrat abgetrennt. Es ist zu zeigen, dass sich die gesamte β-Aktivität des käuflichen Uranylnitrats in der UX_1-Fraktion befindet. Mit einem α-Szintillationszähler weise man nach, dass das abgetrennte UX_1 keine α-Aktivität, also keine Uranverunreinigungen aufweist.

2. Literatur: (54, 55, 56, 57, 58)

3. Zubehör:

2 n Salzsäure
0,1 n Salzsäure
1 g Uranylnitrat
1 Spritzflasche
1 Becherglas mit Wofatit P
1 Ionenaustauschersäule
1 Flasche wassergesättigter Äther
0,5 n Oxalsäure
1 Scheidetrichter
1 Fortunapipette
2 Bechergläser 25 ml
2 Pipetten 50 ml, 1 Pipette 10 ml
1 Abdampfschale
1 Al-Schälchen
1 kompl. Messanordnung
1 α-Szintillationszähler

Declassified in Part - Sanitized Copy Approved for Release @ 50-Yr 2013/09/12 : CIA-RDP81-01043R002300240007-9

Declassified in Part - Sanitized Copy Approved for Release @ 50-Yr 2013/09/12 : CIA-RDP81-01043R002300240007-9

4. Einführung:

Die Solvent-Extraktion beruht auf der Tatsache, dass sich eine Substanz bei Behandlung mit zwei nicht mischbaren Lösungsmitteln in diesen mit bestimmten Mengenverhältnissen verteilt. Diese Menge ist bei einer bestimmten Temperatur konstant und bei gleichbleibender Molekülgrösse von der Konzentration des Systems unabhängig. Die Verteilung gehorcht dem NERNST'schen Verteilungssatz

$$\frac{C_2}{C_1} = \text{const.} = K.$$

Dabei sind C_1 die Konzentration im ersten und C_2 die Konzentration im zweiten Lösungsmittel. K ist die Verteilungskonstante. Sind die Voraussetzungen für die Gültigkeit des Verteilungssatzes nicht erfüllt, so ist das Verhältnis aus den beiden Konzentrationen nicht mehr konstant. Solche Fälle liegen vor, wenn der gelöste Stoff in einem der beiden Solventien dissoziiert oder assoziiert. Während es bei Extraktionen, die dem NERNST'schen Gesetz streng gehorchen, nicht gelingt, einen Stoff restlos zu extrahieren, ist das bei konzentrationsabhängigen Systemen nahezu quantitativ möglich.

Es seien a Gramm einer Substanz in A ml Wasser gelöst. Die Extraktion soll n mal mit B ml nichtwässrigem Lösungsmittel durchgeführt werden. Nach der ersten Extraktion bleiben x_1 Gramm in der wässrigen Phase, während $(a - x_1)$ g sich in der organischen Schicht befinden. Die Konzentrationen in der wässrigen (C_A) und nichtwässrigen (C_B) Schicht betragen:

$$C_A = \frac{x_1}{A}$$

$$C_B = \frac{(a - x_1)}{B}$$

Die Verteilungskonstante berechnet sich nach

$$K = \frac{x_1/A}{(a - x_1)/B} .$$

Ist K bekannt, lässt sich x_1 ausrechnen.

$$x_1 = \frac{K \cdot A}{B + K \cdot A} \cdot a.$$

Bei n Extraktionen verbleiben in der wässrigen Phase (x_n) g

$$x_n = \left(\frac{K \cdot A}{B + K \cdot A}\right)^n \cdot a.$$

Es ist natürlich auch möglich, ein organisches Lösungsmittel mit Wasser zu extrahieren. Ein solcher Fall liegt bei der Abtrennung des UX_1 (Th^{234}) aus Uranylnitrat vor. Das $UO_2(NO_3)_2$ ist in Äther sehr gut löslich, während das Thoriumnitrat darin fast unlöslich ist. Mit Wasser lässt sich praktisch das gesamte UX_1 auf Grund seiner guten Löslichkeit (im Wasser) extrahieren. Man muss aber beachten, dass das Uranylnitrat auch gut wasserlöslich ist und demzufolge wenigstens teilweise mit extrahiert werden kann. Da es sich um eine konzentrationsabhängige Extraktion handelt, nimmt man - um den Urangehalt der wässrigen Phase so klein wie möglich zu halten - sehr wenig Wasser. Im allgemeinen genügt schon das Kristallwasser des Uranylnitrats ($UO_2(NO_3)_2 \cdot 6\ H_2O$) zur Abtrennung des UX_1. Trotz mehrfacher Extraktion gelingt die Trennung nur zu 90 bis 96 %. Um das UX_1 rein und trägerfrei zu erhalten, wird es mit Hilfe einer Ionenaustauschersäule vom restlichen Uran abgetrennt. (Über Ionenaustauscher siehe Versuch C-9).

5. Arbeitsanleitung:

5.1. Ätherextraktion

Zunächst wird Uranylnitrat in einer Reibschale sehr fein pulverisiert. Man wägt 1 g in eine hohe Al-Schale ein und bringt es unter einem ß-Zählrohr zur Messung. Dann wird das

Declassified in Part - Sanitized Copy Approved for Release @ 50-Yr 2013/09/12 : CIA-RDP81-01043R002300240007-9

Declassified in Part - Sanitized Copy Approved for Release @ 50-Yr 2013/09/12 : CIA-RDP81-01043R002300240007-9

$UO_2(NO_3)_2 \cdot 6\ H_2O$ quantitativ in einen Scheidetrichter gegeben und mit 2 Tropfen dest. Wasser und 10 ml wassergesättigtem Äther vorsichtig!! geschüttelt. Nachdem das Salz gelöst ist, bilden sich 2 Schichten aus. Während das $UO_2(NO_3)_2$ sich im Äther löst, befindet sich das UX_1 neben etwas Uranylnitrat in der wässrigen Phase. Man lässt einige Minuten absitzen und saugt dann die Ätherschicht mit einer Fortunapipette sehr sorgfältig ab. Die wässrige Schicht hat etwa ein Volumen von 0,5 ml. Danach werden nochmals 5 ml Äther in den Scheidetrichter gegeben und der Vorgang des Ausschüttelns und Abpipettierens wiederholt. Die sehr geringe wässrige Phase wird mit 6 ml 0,1 n Salzsäure verdünnt und auf die Kolonne gebracht. Man wäscht den Scheidetrichter mit 5 ml 0,1 n HCl und anschliessend mit 5 ml dest. Wasser aus und bringt diese Waschflüssigkeiten ebenfalls auf die Säule.

5.2. Präparieren der Ionenaustauscherkolonne

Der Wofatit muss vor dem Einfüllen auf seinen Quellungszustand gebracht werden, was durch mehrstündiges Einlegen in dest. Wasser erfolgt. Um beim Füllen der Säule Luftpolster zu vermeiden, füllt man sie mit Wasser und schüttet den Wofatit langsam ein. Mit verdünnter Salzsäure wird der Austauscher in den Arbeitszustand versetzt. Dies erreicht man dadurch, dass man so lange 2 n HCl über die gefüllte Säule laufen lässt, bis der Ablauf stark sauer reagiert. Nachdem man etwa ½ Stunde gewartet hat, wird noch etwas Säure durch die Kolonne geschickt. Nun wird mit dest. Wasser die Säure bis zur neutralen Reaktion des Waschwassers ausgewaschen. Es muss unbedingt darauf geachtet werden, dass das Austauscherharz immer restlos von Flüssigkeit bedeckt ist und die Kolonne nicht leer läuft.

Nachdem die UO_2^{++}- und Th^{+4}-Ionen des wässrigen Extraktes in der Säule adsorbiert sind, wäscht man die restlichen Uranylionen mit 15 ml 2 n HCl und anschliessend mit 5 ml

dest. Wasser aus. Die Durchlaufgeschwindigkeit soll 1,8 ml pro ml Austauscher, das sind 0,3 ml/min, nicht übersteigen. Auf der Säule befindet sich jetzt noch das gesamte UX_1. Dieses wird mit 5 ml 0,5 n Oxalsäure eluiert (Vorlage wechseln!). Man wäscht mit 5 ml dest. Wasser nach, dampft das Eluat ein und bringt den Rückstand auf einem Al-Schälchen zur Messung.

Beim Eindampfen kristallisiert Oxalsäure aus, die nach längerem Erwärmen restlos absublimiert. Zur Kontrolle prüfe man das Präparat mit einem Szintillationszähler auf α - Strahlen.

Alle Uranylrückstände sind in dafür vorgesehenen Flaschen zu sammeln.

Declassified in Part - Sanitized Copy Approved for Release @ 50-Yr 2013/09/12 : CIA-RDP81-01043R002300240007-9

Declassified in Part - Sanitized Copy Approved for Release @ 50-Yr 2013/09/12 : CIA-RDP81-01043R002300240007-9

Versuch C-9: Trennung des Yttrium-90 vom Strontium-90 mit Ionenaustauschern

1. Aufgabenstellung:

Es soll aus einer trägerarmen Sr^{90}-Lösung (1 µC) das Folgeprodukt Y^{90} mit Hilfe von Ionenaustauschern vom K.P.S.-Typ abgetrennt werden. Die Eluate werden in einem Flüssigkeitszählrohr oder Durchflusszählrohr gemessen und die Ergebnisse (Aktivität gegen ml Eluat) in einem Diagramm dargestellt.

2. Literatur: (59, 60, 61, 62, 63, 64)

3. Zubehör:

1 Ionenaustauschersäule mit Trichter
Wofatit K.P.S. in H-Form
Zitratlösung p_H 2,6
Zitratlösung p_H 6
1 ml Sr^{90}-Lösung (1 µC)
2 Messzylinder 20 cm^3
2 Bechergläser (50 ml)
2 Al-Schalen
1 kompl. Messanordnung

4. Einführung:

Die Ionenaustauschmethoden zählen zu den modernen Trennverfahren der Chemie und werden in neuerer Zeit auch auf analytische und industrielle Probleme angewandt. Im folgenden soll eine ganz kurze Einführung einen Einblick in die Wirkungsweise der Ionenaustauscher vermitteln.

Ionenaustauschharze sind hochpolymere, wasserunlösliche Substanzen, deren chemisches Grundgerüst dem eines Kunststoffes entspricht. So entsteht z. B. aus Phenol und Formaldehyd das allgemein bekannte Bakelit:

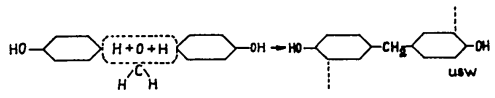


Abb. 31

Führt man nun noch hydrophile Gruppen in das Molekül ein, z. B. $-SO_3H$ oder $-COOH$, so erhält man das Grundgerüst eines Ionenaustauschharzes.
(Phenolsulfonsäureharz):

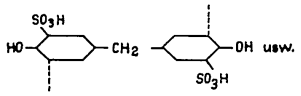


Abb. 32

Die sogenannten austauschaktiven (hydrophilen) Gruppen können infolge ihres sauren Charakters ihre H-Atome gegen andere Kationen austauschen (Kationenaustauschharz). Die H-Form des Harzes geht z. B. in die Na-Form über (R sei das Grundgerüst des Harzes).

$$R - SO_3H + Na^+ \longrightarrow R - SO_3Na + H^+$$

Dieses Gleichgewicht gehorcht dem Massenwirkungsgesetz, wenn man sehr verdünnte Lösungen (elektrostatische Abstossung der Ionen) und sehr kleine Fliessgeschwindigkeit der

Declassified in Part - Sanitized Copy Approved for Release @ 50-Yr 2013/09/12 : CIA-RDP81-01043R002300240007-9

Declassified in Part - Sanitized Copy Approved for Release @ 50-Yr 2013/09/12 : CIA-RDP81-01043R002300240007-9

Lösung in der Säule (Gleichgewichtseinstellung) vorausgesetzt. Die Bindefestigkeit eines Ions am Austauscher hängt im wesentlichen von 2 Faktoren ab:

a) von der Ladung,
b) vom Radius des Ions.

Lässt man z. B. eine Lösung, welche Na^{+}-, Ca^{+2}-, Fe^{+3}- und Th^{+4}-Ionen enthält, durch die Austauschersäule laufen, so werden die Th^{+4}-Ionen zuerst, dann die Fe^{+3}-, Ca^{+2}- usw. gebunden; lässt man entsprechend Na^{+}-, K^{+}-, Rb^{+}- und Cs^{+}-Ionen durchlaufen, so werden die kleinen Na^{+}-Ionen zuerst gebunden usw. Beim Eluieren (Herauslösen) erscheinen normalerweise also die Na^{+}-Ionen zuerst wieder im Eluat. Die eluierende Wirkung einer Lösung ist vor allem von ihrem p_H-Wert abhängig, wie aus folgender, oben bereits angeführter Gleichung ersichtlich ist:

$$R - SO_3H + Me^{+} \rightleftarrows R - SO_3Me + H^{+}.$$

Bei hoher H-Ionenkonzentration wird dieses Gleichgewicht also nach links verschoben. Die Elution kann durch komplexbildende Reagenzien noch beschleunigt werden (durch die Komplexbildung wird die Konzentration der freien Me^{+}-Ionen auf der linken Seite stark herabgesetzt und dadurch das Gleichgewicht ebenfalls nach links verschoben).

Durch richtige Auswahl der Austauschharze und der Elutionsmittel können sehr gute und spezifische Trenneffekte erzielt werden. So wurde z. B. durch die Ionenaustauschchromatographie erstmalig eine Trennung der seltenen Erden in grösserem Maßstab ermöglicht.

Im vorliegenden Versuch soll Sr^{90} von seinem Zerfallsprodukt Y^{90} in trägerfreier Form abgetrennt werden.

5. Arbeitsanleitung:

Die Säule wird, wie im Versuch C-8 beschrieben, gefüllt und in den arbeitsfertigen Zustand gebracht (evtl. Assistenten fragen). 1 ml der Sr^{90}-Y^{90}-Lösung wird auf die fertige

Säule gegeben. Danach lässt man bei einer Durchlaufgeschwindigkeit von 3 ml/min etwa 100 cm^3 destilliertes Wasser durch die Säule laufen. Man prüfe, ob das ablaufende Wasser Aktivität aufweist.

Nun lässt man mit gleicher Stromgeschwindigkeit die Zitronensäurelösung von p_H 2,6 über das Harz laufen. Je 15 cm^3 des Eluates werden fortlaufend im Flüssigkeits- oder Durchflusszählrohr je 1 Minute gemessen. Die Ergebnisse werden im Diagramm (Ordinate: Zählrate; Abszisse: ml Eluat) dargestellt. Wenn die ablaufenden Proben keine Aktivität mehr aufweisen, wird mit einer Zitratlösung von p_H 6 unter gleichen Bedingungen weitergearbeitet und das Ergebnis in ein Diagramm eingetragen. Die Nullrate des Flüssigkeitszählrohres bestimmt man mit dest. Wasser. Es ist ferner darauf zu achten, dass das Zählrohr besonders bei abfallender Zählrate gut ausgespült wird. Vor dem Einsetzen in die Apparatur muss das Flüssigkeitszählrohr aussen absolut trocken sein!! Aus der Sr^{90}- und der Y^{90}-Fraktion soll je eine Probe (Zählrohrfüllung) mit hoher Aktivität auf einem Al-Schälchen eingedampft werden. Man verfolge durch tägliches Messen den Abfall des Y^{90} bzw. den Aktivitätsanstieg des Sr^{90}.

In welcher Reihenfolge werden Sr^{++} und Y^{+++} auf der Säule gebunden? In welcher Reihenfolge erscheinen sie im Eluat? Kann man aus der Elutionskurve auf den quantitativen Gehalt des Eluats schliessen?

6. Ergänzungen:

Vorsichtsmassnahmen beim Arbeiten mit Sr^{90}

Sowohl das Sr^{90} wie das Y^{90} sind reine ß-Strahler. Die Maximalenergie des Sr^{90} beträgt 0,54 und die des Y^{90} 2,18 MeV. Da die ß-Strahlen fast völlig vom Harz und der Glaswand absorbiert werden, ist kein Strahlenschutz nötig. Strontium-90 ist mit rund 20 Jahren Halbwertzeit einer der biologisch gefährlichsten ß-Strahler. Sr^{90} reichert sich nach Inkorporierung in den Knochen an und schädigt die

Declassified in Part - Sanitized Copy Approved for Release @ 50-Yr 2013/09/12 : CIA-RDP81-01043R002300240007-9

Declassified in Part - Sanitized Copy Approved for Release @ 50-Yr 2013/09/12 : CIA-RDP81-01043R002300240007-9

blutbildenden Organe. Der menschliche Körper darf insgesamt höchstens 1 µC aufnehmen!! Es muss auf peinlichste Sauberkeit beim Arbeiten und auf Vermeiden jeglicher Kontamination grösster Wert gelegt werden. Alle Rückstände sind in Flaschen zu sammeln.

Versuch C-10: Silberschnellanalyse durch Neutronenaktivierung

1. Aufgabenstellung:

Es soll der Silbergehalt einer Analysenprobe durch Aktivierung mit langsamen Neutronen in einer Ra-Be-Quelle [(n,γ)-Reaktion] bestimmt werden.

Auf halblogarithmischem Papier ist die Abfallskurve aufzutragen, die Halbwertzeit des Ag^{108} graphisch zu ermitteln und der Silbergehalt zu berechnen.

2. Literatur: (13,65, 66, 67)

3. Zubehör:

2 Petrischalen
2 Stoppuhren
1 Analysenprobe mit unbekanntem Ag-Gehalt (I)
1 Vergleichsprobe mit bekanntem Ag-Gehalt (II)
1 Neutronenquelle (Ra-Be-Quelle)
1 kompl. Messanordnung

4. Einführung:

(Ausführliche Einführung hierzu siehe auch Versuch P-13.) Die Aktivierungsanalyse beruht darauf, dass sich bei der Neutronenbestrahlung vieler Elemente im Reaktor, Zyklotron oder mit einer Ra-Be-Quelle radioaktive Atomarten bilden. Diese Radioelemente sind durch ihre Strahlung und Halbwertzeit relativ leicht und mit einer die chemischen Methoden oft weit übersteigenden Empfindlichkeit nachzuweisen. Mit Hilfe der Aktivierungsanalyse gelingt es, zerstörungsfreie Analysen durchzuführen und spurenhafte Verunreinigungen in chemisch schwer trennbaren Stoffen sehr genau zu bestimmen. Der Prozess des Neutroneneinfangs wird allgemein durch eine "Reaktionsgleichung" beschrieben:

Declassified in Part - Sanitized Copy Approved for Release @ 50-Yr 2013/09/12 : CIA-RDP81-01043R002300240007-9

Declassified in Part - Sanitized Copy Approved for Release @ 50-Yr 2013/09/12 : CIA-RDP81-01043R002300240007-9

$$X_Z^m\ (n,\gamma)\ X_Z^{m+1}.$$

Da sich bei dieser Reaktion nur die Massenzahl m und nicht die Ordnungszahl Z ändert, werden stets Isotope des Ausgangselementes erhalten. Die Anzahl der bei der Bestrahlung mit Neutronen gebildeten radioaktiven Atome hängt von verschiedenen Faktoren ab. Für die absolute Aktivität N_o der Probe bei Bestrahlungsende θ gilt (ausführliche Ableitung in Versuch P-13):

$$N_o = f \cdot \sigma A\ (1 - e^{-\lambda\theta})$$

(f = Neutronenfluss, σ = Wirkungsquerschnitt, λ = Zerfallskonstante, A = Anzahl der bestrahlten Atome.)

Bei konstantem Neutronenfluss gilt für die Gewichtsmenge der bestrahlten Atome

$$W = \frac{N_o \cdot M}{6{,}02 \cdot 10^{23} \cdot f \cdot \sigma\ (1 - e^{-\lambda\theta})}\quad (g)$$

wobei M das Atomgewicht bedeutet.

Die Absolutbestimmung von W erfordert Kenntnis einer Reihe oft sehr schwer zugänglicher Grössen, wie Zerfallskonstante, Wirkungsquerschnitt, Neutronenfluss, absolute Aktivität.

In der Praxis wird deshalb meist mit Vergleichsmethoden gearbeitet. Dabei werden Eichproben (deren Zusammensetzung genau bekannt ist) unter den gleichen Bedingungen wie die Analysenproben bestrahlt und die erzeugten Aktivitäten miteinander verglichen. Wichtig ist, dass alle Proben dem gleichen Neutronenfluss ausgesetzt sind.

Dann gilt die Gleichung:

$$\frac{W_I}{W_{II}} = \frac{z_I}{z_{II}}$$

und daraus folgt

$$W_I = W_{II}\ \frac{z_I}{z_{II}}\ .$$

W_I = Menge des gesuchten Stoffes in g

W_{II} = Menge des in der Vergleichsprobe enthaltenen Elementes in g

z_I = Zählrate der Analysenprobe I

z_{II} = Zählrate der Vergleichsprobe II

Die Werte für die Zählraten müssen für beide Proben zum gleichen Zeitpunkt nach Bestrahlungsende vorliegen; am besten man extrapoliert auf das Bestrahlungsende.

Es soll hier die Bestimmung des Silbergehaltes einer Analysenprobe durch Aktivierung mit langsamen Neutronen vorgenommen werden. Silber besteht aus 2 Isotopen mit den Massenzahlen 107 und 109. Durch Bestrahlung mit langsamen Neutronen entstehen zwei radioaktive Atomarten, das Ag^{110} mit 22 sec und das Ag^{108} mit 2,3 min Halbwertzeit.

$$Ag^{107}\ (n,\gamma)\ Ag^{108}$$

$$Ag^{109}\ (n,\gamma)\ Ag^{110}$$

Infolge der relativ hohen Einfangsquerschnitte der Silberisotope für thermische Neutronen ($\sim$ 40 barn) können Analysen schon mit sehr kleinen Laboratoriums-Neutronen-Quellen in wenigen Minuten durchgeführt werden. Die Methode eignet sich daher in hohem Masse für Schnellanalysen des Silbers in Erzen und Legierungen, die routinemässig durchgeführt werden können. (1 "barn" = 10^{-24} cm^2.)

5. Arbeitsanleitung:

Wegen der kurzen Halbwertzeiten muss die Analyse am besten von 2 Personen ausgeführt werden. Die beiden Versuchssubstanzen I und II (Analysenprobe und Vergleichsprobe) werden

Declassified in Part - Sanitized Copy Approved for Release @ 50-Yr 2013/09/12 : CIA-RDP81-01043R002300240007-9

Declassified in Part - Sanitized Copy Approved for Release @ 50-Yr 2013/09/12 : CIA-RDP81-01043R002300240007-9

nacheinander je 15 min mit einer Ra-Be-Quelle bestrahlt.

Während sich der erste Teilnehmer mit einem Assistenten zur Neutronenquelle begibt, bereitet der zweite Teilnehmer die Messapparatur vor und bestimmt den Nullwert. Zuerst wird die Vergleichsprobe 15 min lang bestrahlt. Man setzt die Stoppuhr bei Bestrahlungsende in Gang und bringt Präparat und Uhr zum Zählgerät. Die Messung soll spätestens 2 Minuten nach Bestrahlungsende beginnen. Bis dahin ist die kurzlebige Ag^{110}-Aktivität mit 22 sec Halbwertzeit praktisch abgeklungen. Der Abfall des Ag^{108} soll 12 bis 15 Minuten verfolgt werden. Es empfiehlt sich, mit 15 min Zeitvorwahl zu arbeiten und Impulszahlen in Abständen von 1 Minute abzulesen.

Mit der Analysensubstanz (II) wird anschliessend in analoger Weise verfahren.

Man zeichnet die Abfallskurven ($z = f(\vartheta)$ für beide Proben, extrapoliert die Zählraten (Ag^{108}) auf Bestrahlungsende ($\vartheta = 0$) und bestimmt die Halbwertzeit $T_{1/2}$.

Die Werte für $T_{1/2}$ aus beiden Kurven sind miteinander zu vergleichen. Wie gut ist die Übereinstimmung mit dem Literaturwert für Ag^{108}?

Wieviel Silber befindet sich in der Analysenprobe I? (Angabe in mg und Gewichtsprozenten.)

Gegeben werden vom Assistenten Werte für das Gewicht der Probe I, das Gewicht der Probe II, den Silbergehalt in Probe II (in mg bzw. Gew. %).

Versuch C-11: Abtrennung von Radiojod aus bestrahltem Äthyljodid (SZILARD-CHALMERS-Effekt)

1. Aufgabenstellung:

   Aus einer mit langsamen Neutronen bestrahlten (Bestrahlungsdauer etwa 12 Std.) Äthyljodidprobe soll das nicht organisch gebundene Jod^{128} abgetrennt werden. Es sind die Ausbeute (Verhältnis der ausschüttelbaren zur nicht-ausschüttelbaren Aktivität) und die Halbwertzeit des Jod^{128} zu bestimmen. Man vergleiche die gemessene Abfallskurve mit Literaturwerten.

2. Literatur: (13, 49, 59, 68, 69, 70)

3. Zubehör:

   2 Scheidetrichter 50 - 100 ml
   1 Hahnsche Fritte
   2 Präparateträger
   4 Bechergläser 100 ml
   Messzylinder 50 ml
   Messzylinder 20 ml
   $C Cl_4$
   KJ-Lösung (2 g/l)
   1 n HNO_3
   $AgNO_3$-Lösung
   Alkoholische Kalilauge
   Äther
   2 V2A-Schieber
   Prenaband
   1 kompl. Messanordnung

4. Einführung:

Emittiert ein Kern ein Teilchen oder Photon, so erleidet er (Impulssatz) einen Rückstoss. Das kann zu chemischen Umwandlungen und Wertigkeitsänderungen führen. Solche

Declassified in Part - Sanitized Copy Approved for Release @ 50-Yr 2013/09/12 : CIA-RDP81-01043R002300240007-9

Declassified in Part - Sanitized Copy Approved for Release @ 50-Yr 2013/09/12 : CIA-RDP81-01043R002300240007-9

"spezifisch radiochemischen Effekte" sind besonders bei Kernreaktionen von Interesse, bei denen sich die Ordnungszahl der Atome nicht ändert. Dazu gehören γ -Zerfall, Isomerenumwandlung, (n,γ)-, (n, 2n)- und (γ,n)-Reaktionen. In diesen Fällen versagen chemische Trennungsmethoden, da Anfangs- und Endatom isotop sind. Liegt aber das radioaktive Atom infolge eines "spezifisch radiochemischen Effektes" in chemisch veränderter Form vor, so lässt es sich leicht abtrennen.

Nach dem BOHR'schen Modell für eine Kernreaktion entsteht ein angeregter Kern. Dieser geht durch Emission von Photonen, einem Neutron oder Proton in den Grundzustand über. Bei (n,γ)-Reaktionen mit thermischen Neutronen ist die Anregungsenergie des Zwischenkerns etwa gleich der Bindungsenergie des Neutrons. Diese Energie wird durch Photonenemission abgegeben. Dabei erleidet der Kern einen Rückstoss. Die Energie des γ -Photons (E_γ) ist

$$E_\gamma = h\nu,$$

wobei h das PLANCK'sche Wirkungsquantum und ν die Frequenz bedeuten. Der Impuls des Rückstosskerns (p) beträgt

$$p = mv = \frac{h\nu}{c} = \frac{E_\gamma}{c}$$

und seine Rückstossenergie (E_R)

$$E_R = 1/2\ m\ v^2 = \frac{p^2}{2\ m} = \frac{E_\gamma^2}{2\ m\ c^2},$$

wobei m die Masse des Rückstosskerns, v seine Geschwindigkeit und c die Lichtgeschwindigkeit sind.

Es ist bekannt, dass der Atommasse 1 etwa 931 MeV entsprechen. Man kann nun die Gleichung in folgende Form bringen:

$$E_R = \frac{E_\gamma^2}{1862\ .\ m}$$

und erhält die Energie in MeV.

Wird <u>Äthyljodid</u> mit thermischen Neutronen beschossen, so wird ein radioaktives Isotop gebildet:

$$J^{127}\ (n,\gamma) \longrightarrow J^{128} \xrightarrow[25\ min]{\beta^-} Xe^{128}\ (stabil).$$

Die Bindungsenergie des Neutrons beträgt etwa 8,5 MeV. Nimmt man an, dass ein Photon mit der vollen Energie emittiert wird, so beträgt die Rückstossenergie des Jodkerns

$$E_R = \frac{(8,5)^2}{1862\ .\ 128} = 3,15\ .\ 10^{-4}\ MeV = 315\ eV.$$

Die Bindungsenergie von kovalenten, chemischen Bindungen liegt in der Grössenordnung von 2 bis 5 eV, d. h. die Rückstossenergie des Jodkerns ist wesentlich grösser als die zur Sprengung der chemischen Bindung erforderliche Energie. In der Praxis findet man aber dennoch einen geringen Teil der J^{128}-Aktivität in der ursprünglichen Bindungsform als Äthyljodid wieder. Das dürfte wohl in der Hauptsache auf Rekombination und späteren Austausch des Jods zurückzuführen sein. Ganz allgemein gelten für die Gewinnung hochspezifischer Aktivitäten durch einen SZILARD-CHALMERS-Prozess einige Voraussetzungen: a) Das zu aktivierende Element muss in einer geeigneten chemischen Verbindung vorliegen. b) Die Rückstossenergie muss zur Sprengung der chemischen Bindung ausreichen. c) Das freigesetzte Nuklid muss in einer leicht abtrennbaren, anderen chemischen Form vorliegen. d) Es dürfen keine, oder nur geringe Austauschreaktionen innerhalb der Lösung stattfinden.

Im Falle des Äthyljodids ist es ratsam, etwas freies Jod zuzusetzen und damit den Austausch des Jod^{128} etwas herabzudrücken.

Über den Chemismus bei der Aktivierung hat man heute noch keine feste Vorstellung. Es scheint aber so, dass der Rückstosskern Elektronen abgibt und zunächst zum positiven Ion wird. Durch Zusammenstösse mit anderen Molekülen nimmt er

Declassified in Part - Sanitized Copy Approved for Release @ 50-Yr 2013/09/12 : CIA-RDP81-01043R002300240007-9

Declassified in Part - Sanitized Copy Approved for Release @ 50-Yr 2013/09/12 : CIA-RDP81-01043R002300240007-9

wieder Elektronen auf, bis er als freies Jod oder Jodion (J^-) vorliegt.

5. Arbeitsanleitung:

Um gute Resultate zu erhalten, ist es nötig, sehr schnell und sauber zu arbeiten. Deshalb sollen die für den Arbeitsgang nötigen Geräte und Reagenzien sorgfältig vorbereitet und griffbereit sein. Zur Umrechnung auf die Zeit Null (Bestrahlungsende) ist es notwendig, die Zeitpunkte der einzelnen Messungen (bezogen auf das Bestrahlungsende) genau zu notieren.

Das bestrahlte Äthyljodid wird in 50 ml Äther gelöst, in einen Scheidetrichter gebracht und 4 mal mit 10 ml einer sehr verdünnten (2 g/l) Kaliumjodidlösung ausgeschüttelt. Diese Lösung enthält noch etwas Thiosulfat, um elementares Jod zum Jodid zu reduzieren.

$$2\ Na_2S_2O_3 + J_2 \longrightarrow Na_2S_4O_6 + 2\ Na\ J$$

Es ist darauf zu achten, dass die Ätherphase oben sitzt. Unter Umständen muss während der Extraktion noch etwas Äther zugegeben werden. Man vereinigt die wässrigen Phasen und schüttelt zur Entfernung der in Wasser gelösten Äthyljodidanteile mit 20 ml Tetrachlorkohlenstoff aus. Das gebrauchte CCl_4 wird verworfen. Den wässrigen Extrakt säuert man in einem Becherglas mit 2 ml 1 n HNO_3 an. Zur Zerstörung des überschüssigen Thiosulfats wird die Lösung kurz aufgekocht und das Jod mit Silbernitrat (tropfenweise zugegeben!) bei etwa 95° C gefällt. Ein grosser $AgNO_3$-Überschuss ist zu vermeiden. Zur Bildung eines gut filtrierbaren Niederschlags wird noch ein paar Minuten erwärmt. Nachdem die Lösung abgekühlt ist, wird filtriert, getrocknet (Äther), das Filter samt Niederschlag mit Prenaband auf einen V2A-Schieber geklebt und die Aktivität des AgJ gemessen. Es soll die Halbwertzeit bestimmt und die Aktivität bei Bestrahlungsende ermittelt werden.

Zur Bestimmung der im Äthyljodid verbliebenen J^{128}-Aktivität wird ein Aliquot (1/2 ml) des Jodäthyls in 40 ml Alkohol gelöst. Nun gibt man 1 ml verdünnte alkoholische KOH zu und erwärmt. Nach dem Erkalten wird mit verd. HNO_3 angesäuert und die Jodionen werden mit $AgNO_3$ als Silberjodid ausgefällt. Die Aktivität des Niederschlags soll ebenfalls gemessen und auf das Bestrahlungsende extrapoliert werden.

Wieviel Prozent des J^{128} sind im Äthyljodid organisch gebunden?

Declassified in Part - Sanitized Copy Approved for Release @ 50-Yr 2013/09/12 : CIA-RDP81-01043R002300240007-9

Declassified in Part - Sanitized Copy Approved for Release @ 50-Yr 2013/09/12 : CIA-RDP81-01043R002300240007-9

Versuch C-12: Abtrennung von radioaktivem MnO_2 aus mit thermischen Neutronen aktiviertem $KMnO_4$

1. Aufgabenstellung:

Es soll das bei der Neutronenbestrahlung von siebenwertigem Mangan ($KMnO_4$) gebildete vierwertige (MnO_2) abgetrennt und die Ausbeute (Verhältnis der + 7- zur + 4-wertigen Mn^{56}-Aktivität) bestimmt werden. Man ermittle die Halbwertzeit.

2. Literatur: (13, 49, 59, 71, 72)

3. Zubehör:

Bestrahlte $KMnO_4$-Proben
$MnO(OH)_2$-Träger (selbst herzustellen)
Alkohol
1 n H_2SO_4
1 n NaOH
verd. MnO_4^--Lösung (1 mg $KMnO_4$/ml)
1 Witt'scher Topf
1 Nutsche mit 2 Spannfedern
Filter (hart)
3 Bechergläser (100 ml)
3 Bechergläser (50 ml)
2 Messzylinder (25 ml)
4 V2A-Schieber
1 kompl. Messanordnung

4. Einführung:

Ein durch (n,γ)-Reaktion erzeugter, hochangeregter Rückstosskern kann in verschiedener Weise chemische Reaktionen eingehen. Er kann durch Rekombination mit dem Molekülrest, den er infolge des Rückstosses verlassen hat, wieder zum ursprünglichen Molekül zusammentreten. Nach LIBBY sind solche Rekombinationen, beispielsweise bei der Bestrahlung

(n,γ) von Äthylbromid, sehr gering. Das Rückstossatom stösst mit den Atomen seiner Umgebung zusammen und verliert auf seinem Wege Energie. Erfolgen die Zusammenstösse mit den Wasserstoff- (Masse 1) und Kohlenstoffatomen (Masse 12) der Äthylgruppen, so verliert das Br^{80}-Rückstossatom (Masse 80) infolge des grossen Massenunterschiedes (Billardkugelmodell) der zusammenstossenden Atome pro Stoss nur sehr wenig Energie. Dadurch kann es dem "reaction cage" (Reaktionskäfig) entschlüpfen und sich sehr schnell entfernen. Beide Molekülfragmente sind dann zu weit voneinander entfernt, so dass keine Rekombination erfolgen kann. Trifft das Rückstossatom auf ein Atom gleicher Masse, z. B. ein anderes Bromatom, so kann es einen grossen Teil seiner Energie verlieren. Die ihm verbleibende Restenergie reicht dann nicht mehr aus, den "reaction cage" zu verlassen. (Unter "reaction cage" versteht man die das Rückstossatom umgebenden Moleküle, an die es durch Zusammenstösse seine Energie abgibt.) In solchen Fällen bleiben beide Molekülteile (CH_3-CH_2- und -Br^{80}) so nahe beieinander, dass ein Zusammentritt zum ursprünglichen Molekül (CH_3-CH_2-Br^{80}) möglich ist. Der Grad der Rekombination hängt im starken Masse vom Aggregatzustand, in dem sich der zu aktivierende Stoff befindet, ab. Er steigt vom gasförmigen über den flüssigen zum festen Zustand rasch an. So fand man in flüssigem Äthylbromid 75 % der Bromaktivität organisch gebunden, während in der Gasphase nur 4,5 % der Aktivität als Äthylbromid vorlagen.

Neben Rekombinationen können auch Substitutionen durch Rückstoss erfolgen. Wird Methyljodid (CH_3J) mit therm. Neutronen aktiviert, so erhält man 11 % des J^{128} als CH_2J_2. Hier wird also ein H-Atom des CH_3J durch J substituiert. Selbst solche Gruppen wie -COOH, -OH, $-CH_2OH$, $-NH_2$ usw. können durch Rückstossatome ersetzt werden. Dass solche Reaktionen direkt zur Synthese radioaktiv markierter Substanzen mit hoher spez. Aktivität geeignet sind, zeigt die Herstellung von aktivem Dibrommethan (CH_2Br_2) durch Neu-

Declassified in Part - Sanitized Copy Approved for Release @ 50-Yr 2013/09/12 : CIA-RDP81-01043R002300240007-9

Declassified in Part - Sanitized Copy Approved for Release @ 50-Yr 2013/09/12 : CIA-RDP81-01043R002300240007-9

tronenbestrahlung von Bromessigsäure ($CH_2Br-COOH$).

Von den anorganischen Systemen ist die Neutronenaktivierung des $KMnO_4$ sehr sorgfältig untersucht worden. Wird Mangan mit thermischen Neutronen bestrahlt, so bildet sich Mn^{56}, das durch ß-Zerfall in stabiles Eisen übergeht.

$$Mn^{55}\ (n,\gamma) \longrightarrow Mn^{56} \xrightarrow[2{,}58\ h]{\beta^-} Fe^{56}\ (stabil)$$

Durch den bei der γ-Emission erfolgenden Rückstoss geht ein Teil der Mn^{56}-Ionen vom + 7-wertigen in den + 4-wertigen Zustand über. Der Anteil der sich bildenden + 4-wertigen Mn^{56}-Ionen ist stark p_H-abhängig.

Man nimmt an, dass beim Rückstossprozess das Mangan zunächst im + 7-wertigen Zustand verbleibt aber ein oder mehrere Sauerstoffatome verliert. Auf diese Weise können MnO_3^{+}-, MnO_2^{+3}-, MnO^{+5}- oder Mn^{+7}-Ionen entstehen. Diese Ionen werden entweder reduziert oder gehen durch Hydratation wieder in MnO_4^- über. Im sauren oder neutralen Medium sind Reduktionsvorgänge vorherrschend und bilden Manganionen von niederen Oxydationsstufen:

$$\text{z. B.}\quad 4\ MnO_3^{+} + 2\ H_2O \longrightarrow 4\ MnO_2 + 3\ O_2 + 4\ H^{+}.$$

Die bevorzugten Reaktionen im alkalischen Gebiet sind vom Typ:

$$MnO_3^{+} + OH^- \longrightarrow MnO_4^- + H^+$$

oder:

$$MnO_3^{+} + H_2O \longrightarrow MnO_4^- + 2\ H^{+}.$$

In der Abb. 33 wurden die nach der Bestrahlung wieder als MnO_4^- vorliegenden Mn^{56}-Atome in Abhängigkeit vom p_H-Wert dargestellt.

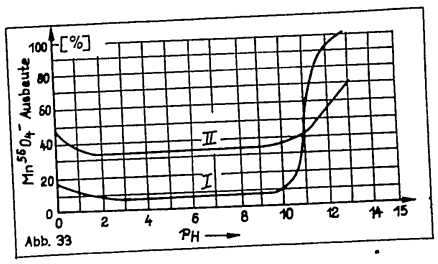


Abb. 33

Kurve I gilt für eine wässrige MnO_4^--Lösung, während Kurve II die Verhältnisse an festem $KMnO_4$, das nach der Bestrahlung im H_2O vom best. p_H gelöst wurde, wiedergibt. Während beim p_H 12 (Kurve I) die Mn-Rückstosskerne nahezu 100 %ig wieder als Permanganationen vorliegen, geht ihre Rückbildung mit fallendem p_H sehr schnell zurück und erreicht zwischen p_H 8 und 2 einen nahezu konstanten Wert von ca. 7 %. Der leichte Anstieg im stärker saurem Gebiet wird durch Austauschreaktionen zwischen MnO_3^{+} und inaktivem MnO_4^- verursacht.

5. Arbeitsanleitung:

Je eine feste $KMnO_4$- und wässrige $KMnO_4$-Probe (p_H 8) werden über Nacht mit langsamen Neutronen aktiviert.

5.1. Abtrennung aus einer $KMnO_4$-Lösung

Die wässrige Permanganatlösung wird in ein Becherglas (50 ml) gebracht, mit sehr wenig $MnO(OH)_2$-Trägersubstanz versetzt und gut durchgerührt (nicht erwärmen). Man filtriert den $MnO(OH)_2$-Niederschlag ab, wäscht mit Wasser und dann mit Alkohol nach. Das getrocknete Filter wird auf einen V2A-Schieber geklebt und die Aktivität (Zählrate!) ge-

Declassified in Part - Sanitized Copy Approved for Release @ 50-Yr 2013/09/12 : CIA-RDP81-01043R002300240007-9

Declassified in Part - Sanitized Copy Approved for Release @ 50-Yr 2013/09/12 : CIA-RDP81-01043R002300240007-9

tronenbestrahlung von Bromessigsäure ($CH_2Br-COOH$).

Von den anorganischen Systemen ist die Neutronenaktivierung des $KMnO_4$ sehr sorgfältig untersucht worden. Wird Mangan mit thermischen Neutronen bestrahlt, so bildet sich Mn^{56}, das durch ß-Zerfall in stabiles Eisen übergeht.

$$Mn^{55}\ (n,\gamma) \longrightarrow Mn^{56} \xrightarrow[2{,}58\ h]{\beta^-} Fe^{56}\ (stabil)$$

Durch den bei der γ-Emission erfolgenden Rückstoss geht ein Teil der Mn^{56}-Ionen vom + 7-wertigen in den + 4-wertigen Zustand über. Der Anteil der sich bildenden + 4-wertigen Mn^{56}-Ionen ist stark p_H-abhängig.

Man nimmt an, dass beim Rückstossprozess das Mangan zunächst im + 7-wertigen Zustand verbleibt aber ein oder mehrere Sauerstoffatome verliert. Auf diese Weise können MnO_3^{+}-, MnO_2^{+3}-, MnO^{+5}- oder Mn^{+7}-Ionen entstehen. Diese Ionen werden entweder reduziert oder gehen durch Hydratation wieder in MnO_4^- über. Im sauren oder neutralen Medium sind Reduktionsvorgänge vorherrschend und bilden Manganionen von niederen Oxydationsstufen:

$$\text{z. B.}\quad 4\ MnO_3^{+} + 2\ H_2O \longrightarrow 4\ MnO_2 + 3\ O_2 + 4\ H^{+}.$$

Die bevorzugten Reaktionen im alkalischen Gebiet sind vom Typ:

$$MnO_3^{+} + OH^- \longrightarrow MnO_4^- + H^+$$

oder:

$$MnO_3^{+} + H_2O \longrightarrow MnO_4^- + 2\ H^+.$$

In der Abb. 33 wurden die nach der Bestrahlung wieder als MnO_4^- vorliegenden Mn^{56}-Atome in Abhängigkeit vom p_H-Wert dargestellt.

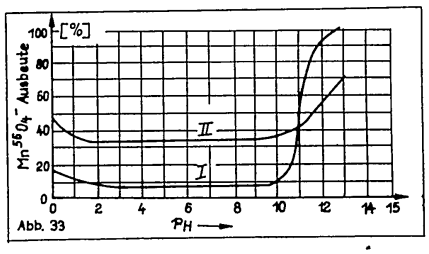


Abb. 33

Kurve I gilt für eine wässrige MnO_4^--Lösung, während Kurve II die Verhältnisse an festem $KMnO_4$, das nach der Bestrahlung im H_2O vom best. p_H gelöst wurde, wiedergibt. Während beim p_H 12 (Kurve I) die Mn-Rückstosskerne nahezu 100 %ig wieder als Permanganationen vorliegen, geht ihre Rückbildung mit fallendem p_H sehr schnell zurück und erreicht zwischen p_H 8 und 2 einen nahezu konstanten Wert von ca. 7 %. Der leichte Anstieg im stärker saurem Gebiet wird durch Austauschreaktionen zwischen MnO_3^{+} und inaktivem MnO_4^- verursacht.

5. Arbeitsanleitung:

Je eine feste $KMnO_4$- und wässrige $KMnO_4$-Probe (p_H 8) werden über Nacht mit langsamen Neutronen aktiviert.

5.1. Abtrennung aus einer $KMnO_4$-Lösung

Die wässrige Permanganatlösung wird in ein Becherglas (50 ml) gebracht, mit sehr wenig $MnO(OH)_2$-Trägersubstanz versetzt und gut durchgerührt (nicht erwärmen). Man filtriert den $MnO(OH)_2$-Niederschlag ab, wäscht mit Wasser und dann mit Alkohol nach. Das getrocknete Filter wird auf einen V2A-Schieber geklebt und die Aktivität (Zählrate!) ge-

Declassified in Part - Sanitized Copy Approved for Release @ 50-Yr 2013/09/12 : CIA-RDP81-01043R002300240007-9

Declassified in Part - Sanitized Copy Approved for Release @ 50-Yr 2013/09/12 : CIA-RDP81-01043R002300240007-9

messen. Man verfolge den Aktivitätsabfall, bestimme die Halbwertzeit und extrapoliere die Aktivität auf das Bestrahlungsende. Das Filtrat wird auf 30 ml aufgefüllt. Zur Bestimmung der Permanganat-Aktivität wird dem Filtrat ein aliquoter Teil (2 - 3 ml) entnommen und in ein Becherglas gebracht. Man gibt zur Reduktion der MnO_4^--Ionen 8 ml H_2O, 5 Tropfen 1 n NaOH und 3 Tropfen Äthylalkohol zu. Es wird zum Sieden erwärmt, wobei das sich bildende $MnO(OH)_2$ flockig ausfällt. Nun wird filtriert und der Niederschlag wie oben zur Messung gebracht. Man rechne anhand der gefundenen Aktivitäten (bezogen auf das Bestrahlungsende) den Anteil der als MnO_4^--Ionen vorliegenden Manganaktivität (in Prozent) aus.

5.2. Abtrennung aus festem Kaliumpermanganat

Die feste $KMnO_4$-Probe wird in ein 50 ml Becherglas gegeben und in möglichst wenig mit 1 n H_2SO_4 schwach angesäuertem Wasser (p_H 2-3) gelöst. Man gibt wenig $MnO(OH)_2$-Träger zu und arbeitet wie unter 5.1. beschrieben weiter. Um die Fehler durch nachträgliche Reduktion der MnO_4^--Ionen an den Gefässwänden usw. möglichst klein zu halten, muss sehr schnell und sauber gearbeitet werden!! Vergleiche die Ergebnisse mit den Literaturwerten!

6. Ergänzungen:

Herstellung des $MnO(OH)_2$-Trägers

5 ml der inaktiven $KMnO_4$-Lösung werden mit 5 Tropfen 1 n NaOH in ein Becherglas (50 ml) gebracht. Nachdem man noch 3 Tropfen Alkohol zugegeben hat wird erwärmt. Das Manganoxyhydrat fällt flockig aus. Die Lösung wird mit 1 n H_2SO_4 wieder schwach angesäuert und in dieser Form verwendet.

Versuch C-13: Brom-80 Isomerentrennung

1. Aufgabenstellung:

Es soll das 18-Minuten Br^{80} von einem 4,4 Stunden Isomeren getrennt werden. Dabei ist zu zeigen, dass einige Zeit nach der Extraktion der aktiven Bromionen sich wieder neue extrahierbare Br-Aktivität gebildet hat. Diese besitzt eine Halbwertzeit von 18 Minuten. Man stelle die Abfallskurven graphisch dar. (Halblogarithmisches Papier.)

2. Literatur: (13, 49, 59, 73, 74, 75, 76, 77)

3. Zubehör:

1/50 n KBr-Lösung
Äther
verd. HNO_3
$AgNO_3$-Lösung
Nutsche, 2 Haltefedern
2 Scheidetrichter (100 ml)
3 Bechergläser (100 ml)
Prenaband
V2A-Schieber
Filter
1 kompl. Messanordnung

4. Einführung:

Kernisomere sind solche Kerne, die bei gleicher Masse A und Ladung Z in ein oder mehreren angeregten Zuständen existieren und nach verschiedenen, messbaren Schemen in den Grundzustand übergehen. Der Übergang erfolgt durch Emission von γ-Quanten oder Konversionselektronen.

Das in der Natur vorkommende Brom besteht aus 2 Isotopen mit den Massenzahlen 79 und 81. Bestrahlt man es mit langsa-

Declassified in Part - Sanitized Copy Approved for Release @ 50-Yr 2013/09/12 : CIA-RDP81-01043R002300240007-9

Declassified in Part - Sanitized Copy Approved for Release @ 50-Yr 2013/09/12 : CIA-RDP81-01043R002300240007-9

men Neutronen, so bilden sich Brom-82- und zwei isomere Brom-80-Kerne.

$$Br^{79} + n \rightarrow Br^{80*} \quad (T_{1/2} = 4{,}4\ h)$$
$$Br^{80*} \rightarrow Br^{80} \quad (T_{1/2} = 18\ min)$$
$$Br^{81} + n \longrightarrow Br^{82} \quad (T_{1/2} = 36\ h)$$

Der angeregte Br^{80*}-Kern geht in 2 Abschnitten (Abb. 34) durch γ -Emission in den Grundzustand des Br^{80} über. Dieses wiederum zerfällt mit einer Halbwertzeit von 18 Minuten unter Emission von β^--Teilchen.

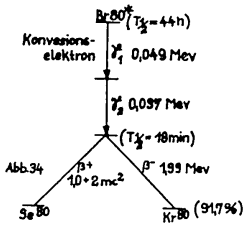


Abb.34

Bei einem Isomerenübergang kann auf den Tochterkern so viel Energie übertragen werden, dass die chemische Bindung gelöst wird. Liegt der Rückstosskern nun in einer anderen chemischen Form vor, so lässt sich beispielsweise durch Extraktion eine Isomerentrennung durchführen (vergl. SZILARD-CHALMERS-Reaktion, Versuch C-11). In den meisten Fällen reicht aber die Rückstossenergie nicht zur Sprengung der Kovalenzbindung aus. Im Falle des Br^{80*} wird beim Übergang vom metastabilen Zustand in den nächst niederen eine Energie von 49 keV frei. Ein γ_1-Quant dieser Energie würde einen Rückstoss von

$$E_R = \frac{E_{\gamma_1}^2}{2(931)\ A} = \frac{(0{,}049)^2}{2(931)\ (80)}\ MeV = 0{,}019\ eV$$ erzeugen.

(Siehe SZILARD-CHALMERS-Reaktion, Versuch C-11).

Die γ -Strahlung ist aber <u>stark konvertiert.</u> Im Falle einer K-Schalen-Konversion ergibt sich eine Rückstossenergie (E_R) von

$$E_R = (E_{\gamma_1} - E_K)\ \frac{m}{A} = (0{,}049 - 0{,}012)\ \frac{0{,}000549}{80}\ MeV$$
$$= 0{,}23\ eV.$$

E_K = Bindungsenergie des K-Elektrons
m = Masse des Elektrons
A = Masse des Kerns
E_{γ_1} = Energie des γ_1-Quants

Diese Rückstossenergie reicht nicht zur Sprengung der chemischen Bindung (2 - 6 eV) aus. Dennoch wird, wie das Experiment zeigt, die chemische Bindung gelöst. COOPER konnte theoretisch einen Mechanismus finden, nach dem die Sprengung der chemischen Bindung, unabhängig vom γ -Rückstoss des Atoms, durch die Vorgänge bei der inneren Konversion oder des K-Einfangs möglich ist. Man erklärt sich die Vorgänge in folgender Weise:

Das den Kern verlassende γ_1 -Quant wird in der Elektronenhülle (K-Schale) desselben Atoms konvertiert. Es gibt einen Teil seiner Energie an ein Elektron dieser inneren Schale ab. Dieses Elektron verlässt als Konversionselektron die Atomhülle. Durch Kaskadensprünge werden die inneren Elektronenschalen wieder aufgefüllt. Diese Elektronensprünge von einer äusseren auf eine innere Schale sind von Röntgenstrahlen begleitet, oder es erfolgt ein der inneren Konversion ähnlicher Prozess. In diesem Fall (Auger-Effekt) wird anstelle der Röntgenstrahlung ein Elektron (Auger-Elektron) ausgesandt. Jedes emittierte Elektron kann eine ganze Serie von den eben für die K-Schale beschriebenen Vorgängen auslösen. Auf diese Weise können eine ganze Reihe Valenzelektronen verlorengehen, was letzten Endes den Bruch der chemischen Bindung ermöglicht.

Declassified in Part - Sanitized Copy Approved for Release @ 50-Yr 2013/09/12 : CIA-RDP81-01043R002300240007-9

Declassified in Part - Sanitized Copy Approved for Release @ 50-Yr 2013/09/12 : CIA-RDP81-01043R002300240007-9

5. Arbeitsanleitung:

Etwa 20 ml Brombenzol werden ca. 12 Stunden mit einer 500 mg Ra-Be-Quelle bei einem Neutronenfluss von 10^4 n/cm^2 bestrahlt. Das aktivierte Brombenzol wird quantitativ in einen Scheidetrichter gebracht und in 50 ml Äther gelöst. Nun schüttelt man dreimal mit 15 ml einer 1/50 n KBr-Lösung aus. Die das Brombenzol enthaltende Ätherphase sitzt oben! Sollten während der Arbeitsgänge Teile der organischen Phase nach unten sinken, so muss noch etwas Äther zugegeben werden. Die vereinigten, wässrigen Extrakte werden zur Entfernung von Brombenzolresten mit 20 ml Äther ausgeschüttelt. Der Äther wird verworfen. Nun säuert man mit verdünnter HNO_3 an und fällt in der Wärme (ca. 80° C) das Brom mit $AgNO_3$ als AgBr aus. Der Niederschlag wird abgesaugt, gewaschen, mit etwas Alkohol und Äther getrocknet und mit Prenaband auf einen V2A-Schieber geklebt. Man bringt den Niederschlag zur Messung und verfolgt den Aktivitätsabfall etwa 45 Minuten. Durch die erste Extraktion sind alle bei der (n,γ)-Reaktion entstandenen Rückstosskerne entfernt worden. Etwa 1 Stunde nach der ersten Extraktion der Brombenzollösung wird erneut mit KBr-Lösung ausgeschüttelt. Dabei ist, genau wie oben beschrieben, zu verfahren, das Brom als AgBr zu fällen und der Aktivitätsabfall 45 Minuten zu verfolgen.

Nach einer weiteren Stunde wird derselbe Arbeitsgang noch ein 3. Mal durchgeführt.

Mit Ausnahme der 1. Abtrennung erfolgt der Aktivitätsabfall mit einer Halbwertzeit von 18 Minuten. Es wird also nur das 18-Minuten-Brom, das sich durch Isomerenzerfall aus dem angeregten 4,4 Stunden-Brom gebildet hat, abgetrennt. (Kurven zeichnen.)

Welche Komponenten befinden sich im AgBr-Niederschlag der 1. Extraktion?

Versuch C-14: Isotopenverdünnungsanalyse

1. Aufgabenstellung:

Der Phosphatgehalt einer Halogenid-Phosphatmischung soll nach dem Prinzip der einfachen Isotopenverdünnungsanalyse quantitativ bestimmt werden.

2. Literatur: (15, 23, 49, 78, 79, 80, 81, 82)

3. Zubehör:

Analysenlösung
1 ml radioaktive Phosphatlösung (0,5 µC)
verdünntes NH_4OH (1 : 10)
Magnesiummixtur
Phenolphthalein
Aceton
1 Becherglas (100 ml)
1 Pipette (10 ml)
1 Pipette (1 ml)
4 Al-Schälchen
Petrischalen
Uhrglas
Spatel
1 Filtriereinrichtung
1 Nutsche
1 Analysenwaage
1 Trockenschrank
1 kompl. Messanordnung

4. Einführung:

Die Isotopenverdünnungsanalyse bietet vor allem bei der quantitativen Analyse sehr ähnlicher, schwierig zu trennender Stoffe grosse Vorteile. Die Durchführung einer solchen Analyse erfordert keine quantitative Abscheidung des gesuchten Stoffes sondern nur die Isolierung einer Probe

Declassified in Part - Sanitized Copy Approved for Release @ 50-Yr 2013/09/12 : CIA-RDP81-01043R002300240007-9

Declassified in Part - Sanitized Copy Approved for Release @ 50-Yr 2013/09/12 : CIA-RDP81-01043R002300240007-9

von grösstmöglicher Reinheit. Es kann also auf sehr schwierige und langwierige Abscheidungsverfahren, wie etwa die fraktionierte Kristallisation usw., verzichtet werden.

Prinzip der Analyse: Es sei der Cergehalt einer Ceriderdenprobe (Cer, Neodym, Samarium, Gadolinium) quantitativ zu bestimmen. Man gibt dem Stoffgemisch eine bestimmte Menge radioaktives Cer (Cer^{144}), deren spezifische Aktivität (spez. Aktivität = Aktivität/g Substanz) und Gewichtsmenge sehr genau bekannt sind, bei. Nach vollkommener Durchmischung wird das Cer nach einem der üblichen Trennverfahren abgeschieden. Die Trennung wird so lange wiederholt, bis das Cer rein vorliegt. Dabei kommt es nicht auf die Ausbeute sondern nur auf die Reinheit des isolierten Stoffes an. Schliesslich wird die spezifische Aktivität des reinen Salzes gemessen und der Cergehalt nach folgender Formel berechnet:

$$X_1 = \left(\frac{A_2}{A_1} - 1\right) X_2.$$

Es sind:
X_1 = Menge des gesuchten Stoffes in g,
X_2 = Menge des zugesetzten Stoffes in g,
A_1 = Spezifische Aktivität des abgeschiedenen Stoffes,
A_2 = Spezifische Aktivität des zugesetzten Stoffes.

Absolutbestimmungen der spezifischen Aktivitäten sind nicht erforderlich, da nur das Verhältnis der spez. Aktivitäten eingeht. Die Messungen müssen nur unter völlig gleichen Bedingungen durchgeführt werden.

Setzt man den radioaktiven Stoff trägerfrei (unwägbare Mengen) zu, so gilt die vereinfachte Beziehung

$$X_1 = \frac{A_2}{A_1} X_2.$$

Die spezifischen Aktivitäten können dann durch die Zählraten ersetzt werden:

$$X_1 = \frac{z_2}{z_1} X_2$$

z_1 = Zählrate des abgeschiedenen Stoffes,
z_2 = Zählrate des zugesetzten Stoffes.

Mit der Verdünnungsanalyse kann zwar die Genauigkeit, nicht aber die Empfindlichkeit analytischer Verfahren verbessert werden. Die Erfassungsgrenze liegt bei der Trennung ähnlicher Stoffe oft sehr ungünstig, da zur erfolgreichen chemischen Trennung bestimmte Mindeststoffmengen erforderlich sind. Es ist theoretisch zwar möglich, sehr geringe Stoffmengen (X_1) mit einem viel grösseren radioaktiven Zusatz (X_2) abzuscheiden. In solchen Fällen würde A_1 beinahe so gross wie A_2 und die Bestimmung, wie leicht einzusehen ist, sehr ungenau werden. Diese Schwierigkeiten lassen sich oft durch Anwendung der "umgekehrten Isotopenverdünnungsanalyse" umgehen. Man bildet durch Zugabe eines radioaktiven Reagenzes von hoher spez. Aktivität ein radioaktives Derivat des zu bestimmenden Stoffes. Nun wird eine bekannte Menge des Derivates in inaktiver Form zugefügt und nach guter Durchmischung die Abtrennung durchgeführt. Die Stoffmenge im Analysengemisch errechnet sich nach folgender Gleichung:

$$X_1 = \frac{X_2}{\left(\frac{A_3}{A_1} - 1\right)}$$

A_3 = spezifische Aktivität des gebildeten Derivates.

In dieser Form lässt sich die Isotopenverdünnungsanalyse auch für Mikrobestimmungen erfolgreich einsetzen.

5. Arbeitsanleitung:

Zur Analysenlösung, deren Volumen sehr genau bekannt sein muss, gibt man 1 ml radioaktive Phosphatlösung (ca. 50 000 Imp./min) und mischt gut durch. Nun entnimmt man der Lösung

Declassified in Part - Sanitized Copy Approved for Release @ 50-Yr 2013/09/12 : CIA-RDP81-01043R002300240007-9

Declassified in Part - Sanitized Copy Approved for Release @ 50-Yr 2013/09/12 : CIA-RDP81-01043R002300240007-9

einen aliquoten Teil (1 ml), bringt ihn auf ein Al-Messchälchen und dampft unter einer U.R.-Lampe zur Trockene ein. - Es empfiehlt sich, die Pipette zweimal mit destilliertem Wasser nachzuspülen, um die Aktivität quantitativ auf das Meßschälchen zu bringen. - Die Probe wird gemessen und die Zählrate z_2 der gesamten Analysenmischung durch Multiplikation des ermittelten Messwertes mit dem Volumen der Gesamtlösung berechnet. Es sei nochmals darauf hingewiesen, dass alle Messungen unter völlig gleichen Bedingungen durchzuführen sind.

Die restliche Lösung verdünnt man auf 60 - 70 ml, setzt etwa 10 ml Mg-Mixtur und 2 - 3 Tropfen des Indikators zu und erhitzt vorsichtig zum Sieden. Durch tropfenweisen Zusatz von Ammoniak aus einer Pipette stumpft man die saure Lösung so weit ab, bis eine leichte, milchige Trübung erscheint. Jetzt wird ohne weitere NH_3-Zugabe etwa 1 min gerührt, bis der Niederschlag kristallin wird. Nun kann bis zur schwachen Rotfärbung des Indikators vorsichtig weitergefällt werden. Man lässt etwa 15 Minuten abkühlen, wobei der Niederschlag noch besser kristallin wird. Nun wird das $MgNH_4PO_4 \cdot 6\ H_2O$ abfiltriert. Man wäscht mit etwas Wasser und anschliessend 3 mal mit wenig Aceton nach. Der Niederschlag wird in eine Glasschale gebracht und 30 min bei 60°C getrocknet. Hält man die Vorschrift genau ein, dann besitzt der Niederschlag die genau definierte Zusammensetzung $MgNH_4PO_4 \cdot 6\ H_2O$. Das getrocknete Magnesiumammoniumphosphat wird sehr fein gepulvert. Auf einer Analysenwaage wägt man 3 Proben des Niederschlages in Al-Schälchen ein. Um Selbstabsorptionsfehler zu vermeiden, dürfen höchstens 120 mg/Schälchen eingewogen werden. Für gleichmässige Verteilung der Substanz über das ganze Schälchen ist grösste Sorge zu tragen. Alle Meßschälchen mit aktiven Substanzen sind prinzipiell nur in geschlossenen Glasgefässen (Petrischalen usw.) zu transportieren!! (Verstäubungsgefahr).

Um die Geometrieverhältnisse gut reproduzierbar zu gestal-

ten und grössere Fehler auszuschalten, bringe man die Messchälchen nicht zu nahe an das Zählrohrfenster. Ein Abstand von 3 - 4 cm hat sich als günstig erwiesen. Nun werden die Zählraten (z_1) der einzelnen Proben bestimmt, und der Phosphatgehalt der Mischung wird berechnet:

$$1\ mg\ MgNH_4PO_4 \cdot 6\ H_2O \text{ enthält } 0{,}388\ mg\ PO_4.$$

Die Meßschälchen werden mit verd. HCl (bis zur Wasserstoffentwicklung) gereinigt und gut mit Zitronensäurelösung und Wasser nachgespült. (Man prüfe den Nullwert der gereinigten Schälchen!)

Declassified in Part - Sanitized Copy Approved for Release @ 50-Yr 2013/09/12 : CIA-RDP81-01043R002300240007-9

Declassified in Part - Sanitized Copy Approved for Release @ 50-Yr 2013/09/12 : CIA-RDP81-01043R002300240007-9

Versuch C-15: Kohlenstoff-14 Selbstabsorption

1. Aufgabenstellung:

Herstellung eines aktiven $BaCO_3$-Präparates aus einer Bariumkarbonatprobe von hoher spezifischer Aktivität durch Verdünnung. Es sind etwa 10 Präparate von verschiedener Schichtdicke (mg/cm^2) herzustellen und die Selbstabsorptionskurve ist aufzunehmen. Die Selbstabsorptionskorrekturfaktoren sind zu ermitteln und in Abhängigkeit von der Schichtdicke graphisch darzustellen.

2. Literatur: (23, 49, 50, 72, 83)

3. Zubehör:

1 Verdünnungsapparatur
1 Fritte mit Zubehör
3 Wägegläschen
1 Spatel
10 Aluminiumschalen
2 Bechergläser (100 ml)
1 Ultrarot-Lampe
1 Flasche mit Pipette
1 Stickstoffbombe
1 Achatmörser
1 g $BaCO_3$
5 µC $BaC^{14}O_3$
1 n NaOH (karbonatfrei)
1 n $BaCl_2$-Lösung
verd. HCl (1:10)
5 n NH_4Cl-Lösung
Isopropylalkohol
1 kompl. Messanordnung

4. Einführung:

Bei der Messung von dickeren Präparaten können oft erhebliche Fehler, die durch Selbstabsorption der Strahlung innerhalb der Proben hervorgerufen werden, auftreten. Besonders die energieärmeren ß-Strahler, wie z. B. Kohlenstoff-14 und Schwefel-35, zeigen schon bei sehr dünnen Präparaten Selbstabsorption. Während bei Phosphor-32 (1,71 MeV) bis etwa 40 mg/cm^2 Schichtdicke die Selbstabsorption vernachlässigbar klein ist, werden bei Kohlenstoff-14-Proben (0,156 MeV) von 1 mg/cm^2 bereits 13 % der ß-Strahlung in der Substanz absorbiert. Es ist theoretisch möglich, die Selbstabsorption rechnerisch genau zu erfassen. Dennoch lässt sich in Wirklichkeit keine sehr genaue Berechnung durchführen, da Probendicke, Geometrieverhältnisse, Rückstreuung usw. in Rechnung zu setzen sind. Oft ist es nicht leicht, einigermassen reproduzierbare Verhältnisse zu schaffen. Für ß-Strahler mit Energien unter 200 keV hat man empirische Gleichungen aufgestellt, die in gewissen Bereichen die Verhältnisse sehr gut wiedergeben. So zeigte LIBBY, dass die Reichweite R (mg/cm^2) nach folgender Gleichung zu berechnen ist:

$$R = E^{5/3}/150$$

(E = obere Grenzenergie in keV),

der Absorptionskoeffizient nach

$$\mu \approx 5/R$$

und die Halbwertsdicke nach

$$d_{1/2} = \ln 2/\mu \approx 0{,}14\ R.$$

Der Korrekturfaktor $c = \frac{z}{z_w}$, mit dessen Hilfe man die wahre Zählrate z_w (ohne Selbstabsorption) berechnen kann, lässt

Declassified in Part - Sanitized Copy Approved for Release @ 50-Yr 2013/09/12 : CIA-RDP81-01043R002300240007-9

Declassified in Part - Sanitized Copy Approved for Release @ 50-Yr 2013/09/12 : CIA-RDP81-01043R002300240007-9

sich nach folgender Näherungsgleichung für eine Probe der Schichtdicke d ermitteln:

$$c = f \frac{1 - e^{-\mu d}}{\mu d} ,$$

f = empirischer Faktor.

In der Praxis hat man meist Vergleichsmessungen durchzuführen, deshalb arbeitet man entweder mit sehr geringen oder mit sehr grossen Schichtdicken. Im ersten Falle soll die Schicht so dünn sein, dass keine oder nur vernachlässigbar geringe Selbstabsorption in Erscheinung tritt. Sind die Radioelemente durch Trägermengen stark verdünnt, so arbeitet man gern mit "unendlicher" Schichtdicke. Die Mindestdicke solcher Präparate muss gleich der Reichweite R sein. Praktisch reichen Schichten von 0,75 R aus, weil die Strahlung aus den untersten Schichten sehr gering ist und die Strahlenabsorption in der Zählrohrwand (Fenster) noch hinzu gerechnet werden muss. Jede Erhöhung der Schichtdicke bringt dann keinen weiteren Anstieg der gemessenen Aktivität mehr. Dadurch werden die Messungen unabhängig von der Schichtdicke und liefern der spezifischen Aktivität der Proben proportionale Zählraten.

Liegt die Schichtdicke zwischen beiden Extremen, so müssen bei Vergleichsmessungen immer die Schichtdicken konstant gehalten werden. Diese Arbeitsweise ist sehr umständlich, so dass man lieber mit unterschiedlichen Präparatdicken arbeitet und Korrekturen mittels des Selbstabsorptionsfaktors c durchführt. Soll ein Messwert auf die Schichtdicke Null umgerechnet werden, so braucht nur durch c dividiert zu werden. Die hier gestellte Aufgabe hat das Ziel, die Selbstabsorptionskurve für Radiokohlenstoff nach der Methode konstanter spez. Aktivität experimentell zu ermitteln.

5. Arbeitsanleitung:

Zunächst soll 1 g $BaCO_3$ mit der spez. Aktivität 5 µC/g durch "Verdünnung" einer $BaCO_3$-Probe von hoher spez. Aktivität hergestellt werden. Dazu wird eine $BaC^{14}O_3$-Probe mit der Gesamtaktivität von 5 µC eingewogen. Nun füllt man mit inaktivem $BaCO_3$ auf 1 g auf und bringt alles sehr sorgfältig in den Kolben I der Verdünnungsapparatur (Abb. 35).

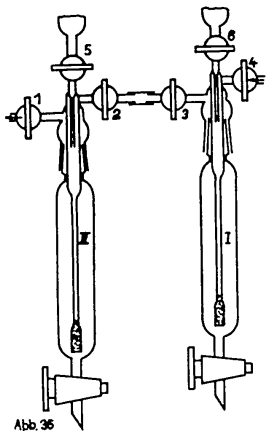


Abb. 35

Die Wände werden mit ca. 25 ml H_2O abgespült, und die Apparatur wird zusammengesetzt. In den Absorptionskolben II werden 50 ml 1 n NaOH gebracht und das ganze System wird evakuiert. Dabei stehen die Hähne 1, 2 und 3 offen, während alle anderen dicht geschlossen sind. Nachdem Hahn 1 geschlossen ist, lässt man durch Hahn 6 langsam verd. HCl (1:10) einfliessen. Wenn alles $BaCO_3$ gelöst ist und die CO_2-Entwicklung aufgehört hat, wird durch Hahn 4 langsam (1 Blase/sec) Stickstoff eingelassen. Nun wird Hahn 1 geöffnet und etwa 20 Minuten Stickstoff (sehr langsam) durchgeblasen. Anschliessend bringt man die Lösung des Kolbens B sorgfältig in ein 100 ml-Becherglas. Nun werden äquimolare Mengen einer 5 n NH_4Cl-Lösung zugegeben und der Kohlenstoff mit $BaCl_2$-Lösung bei 85° C als $BaCO_3$ gefällt. Die Lösung wird filtriert und der Niederschlag gut getrocknet (bei 90° C).

Declassified in Part - Sanitized Copy Approved for Release @ 50-Yr 2013/09/12 : CIA-RDP81-01043R002300240007-9

Declassified in Part - Sanitized Copy Approved for Release @ 50-Yr 2013/09/12 : CIA-RDP81-01043R002300240007-9

Das getrocknete $BaCO_3$ wird in einem Mörser unter Isopropanol fein zerrieben und suspendiert. Mittels eines Hebers bringt man verschiedene Substanzmengen auf 10 gewogene Al-Schalen. Nachdem der Alkohol unter einer Ultrarot-Lampe vorsichtig abgedampft ist, werden die Schälchen wieder gewogen und die Schichtdicke (mg/cm^2) bestimmt. Es empfiehlt sich, etwa 1, 2, 3, 5, 7½, 10, 15, 20, 25 und 30 mg/cm^2 aufzutragen. Nun werden die Zählraten gemessen und die Ergebnisse in ein Diagramm (Ordinate: Zählrate, Abszisse: Schichtdicke in mg/cm^2) eingetragen.

Verlängert man den ersten geradlinigen Teil der Kurve, so ist hierdurch die Zählrate z_w, die ohne Selbstabsorption gemessen würde, angegeben.

Schliesslich berechnet man die Selbstabsorptionskorrekturfaktoren c für die einzelnen Schichtdicken und trägt sie graphisch gegen die Schichtdicke auf. Mit Hilfe dieser Korrekturfaktoren lassen sich stets die wahren Zählraten leicht ausrechnen und somit Vergleichsmessungen auch bei unterschiedlichen Schichtdicken durchführen.

Versuch C-16: Adsorptive Mitfällung an Silberhalogenidniederschlägen

1. Aufgabenstellung:

   1.1. Es ist die Abhängigkeit der Adsorption nahezu trägerloser, radioaktiver Phosphationen von der Oberflächenladung der AgCl-Niederschläge zu untersuchen.

   1.2. Man zeige die unterschiedlichen Adsorptionseffekte von radioaktiven Phosphationen an vorgebildeten AgCl-Niederschlägen und an AgCl-Niederschlägen, die in Gegenwart der radioaktiven Ionen ausgefällt wurden.

   1.3. Es ist die Adsorption von Phosphationen in AgCl-Niederschlägen in Abhängigkeit vom Fällungsmedium zu untersuchen.

   1.4. Zeige die unterschiedliche Stärke der Adsorption radioaktiver Phosphationen an AgCl, AgBr und AgJ.

   1.5. Man untersuche die Abhängigkeit der Adsorption radioaktiver Phosphationen an AgCl von der Menge der als Rückhalteträger zugesetzten inaktiven Phosphatlösung.

   1.6. Es soll die Abhängigkeit der Adsorption radioaktiver Phosphationen an AgCl-Niederschlägen von der dem aktiven Phosphat als Rückhalteträger zugesetzten Bromidionenkonzentrationen untersucht werden.

2. Literatur: (23, 49, 59, 84, 85, 86, 87)

Declassified in Part - Sanitized Copy Approved for Release @ 50-Yr 2013/09/12 : CIA-RDP81-01043R002300240007-9

Declassified in Part - Sanitized Copy Approved for Release @ 50-Yr 2013/09/12 : CIA-RDP81-01043R002300240007-9

3. Zubehör:

n/20 NaCl-Lösung in automatischer Bürette
n/20 $AgNO_3$-Lösung in automatischer Bürette
n/20 NaBr-Lösung
n/20 NaJ-Lösung
n/10 HNO_3
inaktive Phosphatlösung (0,5 mg/ml)
radioaktive Phosphatlösung
Methanol
V2A-Schieber
Prenaband
1 Wittscher Topf mit Fritte
quantitative Filter
10 Bechergläser (25 ml)
10 Glasstäbe
2 Vollpipetten (2 ml)
1 Messpipette (0,5 ml)
1 Pipette (5 ml)
1 Messzylinder (5 ml)
1 Kochplatte
1 kompl. Messanordnung

4. Einführung:

Adsorptionserscheinungen von Spurenmaterialien an Oberflächen treten sehr oft auf. Sie können erwünscht sein, wenn es sich um die Abtrennung von bestimmten Radioelementen aus Lösungen handelt.

Zur Mitfällung durch Adsorption können die Hydroxyde des Eisens, Mangans, Aluminiums etc. verwendet werden. So lässt sich Th^{234} aus Uranylnitratlösung abscheiden, wenn man der Lösung Eisenionen zusetzt und das Hydroxyd mit Ammoniak ausfällt. Durch Zugabe von Ammoniumkarbonat wird das ebenfalls ausgefallene Ammoniumuranat als Komplex gelöst, während Th^{234} am Eisenhydroxydniederschlag adsorbiert bleibt.

Unerwünscht können Adsorptionserscheinungen sein, wenn mehrere Radioelemente nacheinander quantitativ aus einer Lösung abzutrennen sind. Durch Zusatz von sogenannten Rückhalteträgern lassen sich Aktivitätsverluste durch Adsorption sehr wirksam herabsetzen. Man kann UX_2 (Pa^{234}) aus Uranylnitratlösung durch Mitfällung an Zirkonylphosphat abtrennen, ohne nennenswerte UX_1 (Th^{234})-Aktivität mitzureissen, wenn der Uranylnitratlösung Thoriumsalze als Rückhalteträger zugesetzt werden.

OTTO HAHN fasste die Bedingungen der Mitfällung durch Adsorption in einer Fällungsregel zusammen:

Ein in beliebiger Verdünnung vorliegendes Ion wird an einem Niederschlag dann stark adsorbiert, wenn der Niederschlag eine dem Ion entgegengesetzte Ladung trägt und die nach Adsorption entstandene Verbindung in dem gegebenen Lösungsmittel schwer löslich ist.

Die Ladung des Niederschlages wird von den im Überschuss vorhandenen Ionen bestimmt. Diese sind sehr fest adsorbiert, während die Gegenionen weniger fest adsorbiert sind und leicht mit gleichgeladenen Ionen der Lösung austauschen. Ist die ladungsbestimmende Schicht positiv, dann werden negative Ionen leicht adsorbiert. Ein Silberchloridniederschlag, der durch Fällung von NaCl mit überschüssigem $AgNO_3$ hergestellt wurde, trägt positive Ladung und adsorbiert negative Phosphationen. Dagegen adsorbiert ein AgCl-Niederschlag mit negativer Aufladung, hergestellt durch Fällen von Ag-Ionen mit überschüssigen Chloridionen, nur wenig Phosphat. Soll eine radioaktive Phosphatlösung, die beispielsweise inaktive Halogenidionen enthält, an einer AgCl-Schicht adsorbiert werden, so verdrängen die Halogenidionen die Phosphationen von der Oberfläche des Niederschlags und werden sogar in die ladungsbestimmende Schicht eingebaut. Die Phosphatadsorption ist dann sehr gering. Die Halogenidionen wirken hier als nichtisotope Rückhalteträger.

Rückhalteträger sind isotope oder nichtisotope inaktive

Declassified in Part - Sanitized Copy Approved for Release @ 50-Yr 2013/09/12 : CIA-RDP81-01043R002300240007-9

Declassified in Part - Sanitized Copy Approved for Release @ 50-Yr 2013/09/12 : CIA-RDP81-01043R002300240007-9

Ionen, die eine Ladung gleichen Vorzeichens wie das Radionuklid tragen, und dessen Mitfällung oder Adsorption herabgesetzt werden soll. Die adsorbierten, inaktiven Trägerionen stören den Radiochemiker in den meisten Fällen nicht. Die Adsorption an Niederschlägen hängt auch vom Polarisationsvermögen der Ionen des Niederschlages ab. Silberjodid adsorbiert beispielsweise mehr Phosphationen als die gleiche Menge Silberchlorid, denn das Jodidion besitzt grösseres Polarisationsvermögen als das Chloridion. Die Adsorption hängt weiterhin von der Ladung und dem Ionenradius ab. Oberflächengrösse und -Struktur spielen ebenfalls eine Rolle. Die nachträgliche Adsorption an vorgebildeten Niederschlägen ist sehr viel geringer als bei direkter Fällung des Adsorbens in Gegenwart des Radionuklids. Sie folgt aber den gleichen Gesetzmässigkeiten!

5. Arbeitsanleitung:

Alle Reaktionen sind in 25 ml Bechergläsern auszuführen. Die Silberhalogenidniederschläge sind unter völlig gleichen Bedingungen herzustellen. Hierbei wird wie folgt verfahren:

5.1. Mitfällungsreaktionen

Die zu fällende Lösung wird bis zum Sieden erhitzt, mit äquimolaren Mengen Fällungsmittel versetzt, bis zum Ausflocken des Niederschlages 15 sec kräftig gerührt und dann die restliche Menge Fällungsmittel zugesetzt. Nun wird noch 5 min ohne Unterbrechung gerührt, bis der Niederschlag feinflockig wird. Man filtriert den Niederschlag ab und wäscht 2 mal mit 5 ml H_2O und anschliessend mit 3 ml Methanol nach. Die Filter werden mit Prenaband auf V2A-Schieber geklebt und die Zählrate wird bestimmt.

5.2. Adsorption an vorgebildeten Niederschlägen

Die Silberhalogenidniederschläge werden, wie unter 5.1. beschrieben, hergestellt. Wenn der Niederschlag feinflockig ist, setzt man die aktive Lösung zu, rührt erneut 5 min, filtriert und wäscht wie oben beschrieben.

5.3. Vergleichsprobe

Zur Ausbeutebestimmung der Adsorptionsvorgänge ist es notwendig, die Aktivität der zugesetzten Phosphatlösungen zu kennen. Man dampft deshalb 1 ml des aktiven Phosphats auf einem Al-Schälchen ein und bringt es als Vergleichsprobe (100 % der Aktivität) zur Messung.

5.4. Fällungsschemen

5.4.1. Versuche zur Abhängigkeit der Adsorption von der Oberflächenladung des Niederschlages (Aufgabe 1.1.)

Vorlage:	Fällungsmittel:
2 ml n/20 NaCl 5ml H_2O 1ml akt. PO_4^{-3}-Lsg.	6 ml n/20 $AgNO_3$
" " " " " " " " " " "	4 " " " "
" " " " " " " " " " "	2 " " " "
2 ml n/20 $AgNO_3$ 5ml H_2O 1ml akt. PO_3^{-3}-Lsg.	2 ml n/20 NaCl
" " " " " " " " " " "	4 " " " "
" " " " " " " " " " "	6 " " " "

5.4.2. Adsorptionsversuche an vorgebildetem Silberchlorid (Aufgabe 1.2.)

Vorlage:	Fällungsmittel:	Nachträgl.zuges.Lsg.
2 ml n/20 NaCl 5ml H_2O	2ml n/20 $AgNO_3$	1 ml akt. PO_4^{-3}-Lsg.
" " " " " " "	4" " " " "	" " " " "
" " " " " " "	6" " " " "	" " " " "

5.4.3. Adsorption in Abhängigkeit vom Fällungsmedium (Aufgabe 1.3.)

Vorlage:	Fällungsmittel:
2 ml n/20 NaCl 5ml H_2O 1ml akt. PO_4^{-3}-Lsg.	4ml n/20 $AgNO_3$
2 ml n/20 NaCl 5ml H_2O 0,5ml n/10 HNO_3 1ml akt. PO_4^{-3}-Lsg.	" " " "
" " " " " " H_2O 2,5ml n/10 HNO_3 1ml akt. PO_4^{-3}-Lsg.	" " " "
" " " " " " H_2O 5ml n/10 HNO_3 1ml akt. PO_4^{-3}-Lsg.	" " " "

Declassified in Part - Sanitized Copy Approved for Release @ 50-Yr 2013/09/12 : CIA-RDP81-01043R002300240007-9

Declassified in Part - Sanitized Copy Approved for Release @ 50-Yr 2013/09/12 : CIA-RDP81-01043R002300240007-9

5.4.4. Adsorptionseffekte an AgCl, AgBr und AgJ (Aufgabe 1.4.)

Vorlage:		Fällungsmittel:
2 ml n/20 NaCl	5ml H_2O 1ml akt. PO_4^{-3}-Lsg.	4 ml n/20 $AgNO_3$
" " " KBr	" " " " " "	" " " " "
" " " KJ	" " " " " "	" " " " "

5.4.5. Adsorption in Abhängigkeit von der Menge des isotopen Rückhalteträgers (Aufgabe 1.5.)

Vorlage:		Fällungsmittel:
2 ml n/20 NaCl	5ml H_2O 0,5ml n/10 HNO_3 1ml akt. PO_4^{-3}-Lsg.	4 ml n/20 $AgNO_3$
2 ml n/20 NaCl	5ml H_2O 0,5ml n/10 HNO_3 1ml akt. PO_4^{-3}-Lsg. 1ml inakt.PO_4^{-3}-Lsg.	" " " " "
2 ml n/20 NaCl	5ml H_2O 0,5ml n/10 HNO_3 1ml akt. PO_4^{-3}-Lsg. 2ml inakt.PO_4^{-3}-Lsg.	" " " " "
2 ml n/20 NaCl	5ml H_2O 0,5ml n/10 HNO_3 1ml akt. PO_4^{-3}-Lsg. 3ml inakt.PO_4^{-3}-Lsg.	" " " " "
2 ml n/20 NaCl	5ml H_2O 0,5ml n/10 HNO_3 1ml akt. PO_4^{-3}-Lsg. 4ml inakt.PO_4^{-3}-Lsg.	

5.4.6. Abhängigkeit der Phosphatadsorption von der Menge eines nichtisotopen Rückhalteträgers (Aufgabe 1.6.)

Vorlage:	Fällungsmittel:	nachträgl.Zugabe:
2 ml n/20 NaCl 5 ml H_2O	2ml n/20 $AgNO_3$	1ml akt.PO_4^{-3}-Lsg.
" " " " " "	" " " " "	2ml n/20 KBr
		1ml akt.PO_4^{-3}-Lsg.
" " " " " "	" " " " "	4ml n/20 KBr
		1ml akt.PO_4^{-3}-Lsg.
" " " " " "	" " " " "	6ml n/20 KBr
		1ml akt.PO_4^{-3}-Lsg.

Es ist darauf zu achten, dass die KBr-Lösung immer vor der aktiven Phosphatlösung zugegeben wird!

Man stelle die Ergebnisse in Form von übersichtlichen Tabellen zusammen!

Versuch C-17: Austauschreaktionen

1. Aufgabenstellung:

1.1. Es soll der Jodaustausch zwischen C_2H_5J und NaJ in abs. Alkohol zeitlich verfolgt werden. Man berechne die konstante k und prüfe, wie weit k temperatur- und konzentrationsabhängig ist.

1.2. Der P^{32}-Austausch zwischen PO_4^{-3}- und $P_2O_7^{-4}$-Ionen soll bei Siedetemperatur und verschiedenen p_H-Werten der Lösungen (p_H 3,5 und 12) ermittelt werden. Der Austausch ist auf Grund der Messergebnisse in % anzugeben.

1.3. Man untersuche, ob zwischen Co^{+2}-Ionen und komplex gebundenem Kobalt $\left[Co(NH_3)_6\right]Cl_3$ Austausch erfolgt.

1.4. Frisch gefälltes AgJ tauscht mit J^{131}-Ionen der Lösung aus. Es soll der Austausch in Abhängigkeit von der Temperatur und der Zeit bestimmt werden.

1.5. Festes CuJ tauscht ebenfalls mit J^{131}-Ionen einer wässrigen Lösung aus. Man prüfe die Austauschgeschwindigkeit bei Raum- und Siedetemperatur.

2. Literatur: (88, 89, 90, 91, 92, 93, 94, 95)

3. Zubehör:

3.1. Jodaustausch zwischen C_2H_5J und NaJ (homogen)

12 g NaJ (fest)
aktive NaJ-Lösung
abs. Alkohol
Äthyljodid (frisch destilliert)
96 %iger Alkohol
2 Scheidetrichter (150 ml)
3 Erlenmeyerkolben
5 Bechergläser (50 ml)

Declassified in Part - Sanitized Copy Approved for Release @ 50-Yr 2013/09/12 : CIA-RDP81-01043R002300240007-9

Declassified in Part - Sanitized Copy Approved for Release @ 50-Yr 2013/09/12 : CIA-RDP81-01043R002300240007-9

2 Schliffkolben NS 14 (50 ml)
2 Rückflusskühler NS 14
3 Pipetten (10 ml)
1 Thermostat
1 Pipette 25 ml
1 kompl. Messanordnung

3.2. Phosphoraustausch zwischen Ortho- und Pyrophosphorsäure (homogen)

1/100 n H_3PO_4-Lösung
1/100 n $H_4P_2O_7$-Lösung
Pufferlösung (3,5 Mol Natriumacetat + 1,5 Mol Essigsäure/l)
Kadmiumnitratlösung
aktive $H_3P^{32}O_4$-Lösung (1 ml $\approx 10^5$ Imp./min)
verd. NaOH
verd. Ammoniak
$CaCl_2$-Lösung
p_H-Papier
5 Bechergläser (100 ml)
2 Bechergläser (400 ml)
1 Pipette (1 ml)
1 Pipette (5 ml)
2 Pipetten (10 ml)
1 Witt'scher Topf
1 Fritte mit Zubehör
Filtrierpapier
V2A-Schieber
Prenaband
Al-Meßschälchen
1 Bunsenbrenner
1 kompl. Messanordnung

3.3. Austauschversuch mit Kobalt-60 (homogen)

$[Co(NH_4)_6]$ Cl_3-Lösung (inaktiv)
$CoCl_2$-Lösung (radioaktiv markiert)

$Tl(NO_3)_3$-Lösung
verd. HCl
2 Bechergläser (15 ml)
1 kompl. Filtriereinrichtung
2 Pipetten (1 ml)
Filter
V2A-Schieber
Prenaband
Al-Meßschälchen
1 kompl. Messanordnung

3.4. Jodaustausch AgJ/NaJ (heterogen)

$AgNO_3$-Lösung
NaJ-Lösung (inaktiv)
NaJ-Lösung (aktiv)
verd. HNO_3
3 Bechergläser (50 ml)
3 Bechergläser (100 ml)
1 kompl. Filtriereinrichtung
V2A-Schieber
Glasstäbe
Prenaband
1 Kochplatte
Al-Meßschälchen
1 kompl. Messanordnung

3.5. Jodaustausch CuJ/NaJ (heterogen)

$AgNO_3$-Lösung
CuJ (inaktiv)
verd. HNO_3
NaJ-Lösung (aktiv)
2 Bechergläser (25 ml)
1 kompl. Filtriereinrichtung
2 Bechergläser (200 ml)
V2A-Schieber
Filter

Declassified in Part - Sanitized Copy Approved for Release @ 50-Yr 2013/09/12 : CIA-RDP81-01043R002300240007-9

Declassified in Part - Sanitized Copy Approved for Release @ 50-Yr 2013/09/12 : CIA-RDP81-01043R002300240007-9

Prenaband
1 kompl. Messanordnung

4. Einführung:

Während nach den allgemeinen Arbeitsmethoden keine Unterscheidung zwischen Atomen (Molekülen) ein und desselben Elementes - wenn sie im gleichen chemischen Zustand vorliegen - möglich ist, gelingt dies mit Hilfe radioaktiver Nuklide. So ist man unter Anwendung von Radionukliden in der Lage, bestimmte Austauschreaktionen zwischen gleichartigen Atomen (Molekülen) quantitativ zu verfolgen.

Unter einer Austauschreaktion versteht man einen chemischen Vorgang, in dem die Atome eines bestimmten Elementes zwischen zwei oder mehreren chemischen Verbindungen desselben Elementes austauschen. Als Beispiel sei der von HEVESY schon 1920 unter Verwendung von ThB(Pb^{212}) untersuchte Bleiaustausch zwischen $Pb(NO_3)_2$ und $PbCl_2$ in wässriger Lösung genannt. Man unterscheidet zwei Hauptgruppen von Austauschvorgängen:

a) homogene Austauschreaktionen (z. B. Austausch ir einer Phase)

b) heterogene Austauschreaktionen (z. B. Austausch zwischen verschiedenen Phasen (flüssig/fest)).

Ein homogener Isotopenaustausch kann nach der allgemeinen Gleichung erfolgen:

$$AC + BC^* \rightleftarrows AC^* + BC.$$

Dabei ist C^* ein radioaktives Atom von C. Man hat festgestellt, dass die Austauschreaktionen einem Exponentialgesetz gehorchen. Bezeichnet man die Konzentrationen (Mol/Liter (AC) $+(AC^*) = a$; $(BC) + (BC^*) = b$; $(AC^*) = x$ und $(BC^*) = y$, so kann nach der folgenden Beziehung die Austauschkonstante R berechnet werden:

$$Rt = -\frac{ab}{a+b} \ln\left(1 - \frac{x}{x_\infty}\right)$$

R = Menge der zwischen A und B ausgetauschten Atome C (Mol/l.sec)

t = Zeit des Austausches

a = Konzentration von C (aktive plus inaktive) in der A-Form (Mol/l)

b = Konzentration von C (aktive plus inaktive) in der B-Form (Mol/l)

x = Konzentration der radioaktiven C^* in der A-Form zur Zeit t

x_∞ = Konzentration der radioaktiven C^* in der A-Form nach sehr langer Zeit

Die Austauschreaktion ist dann vollständig, wenn die Aktivitäten von AC^* und BC^* gleich sind. Die Zeit, in der die Hälfte des Austausches vor sich geht, nennt man die Halbwertzeit des Ionenaustausches ($t_{1/2}$). Sind die Konzentrationen a und b bekannt, und werden x und x_∞ experimentell bestimmt, so lässt sich R ausrechnen. Besonders einfach gestaltet sich die Berechnung, wenn man $\left[1 - (x/x_\infty)\right]$ auf halblogarithmischem Papier gegen t aufträgt. Aus der erhaltenen Geraden lässt sich die Halbwertzeit ($t_{1/2}$) der Austauschreaktion graphisch ermitteln. Dann ist $x/x_\infty = 0,5$, und man kann eine vereinfachte Beziehung anwenden:

$$R = \frac{a\,b}{a+b} \cdot \frac{0,693}{t_{1/2}} .$$

Erfolgt der Austausch nach einer bimolekularen Reaktion, so ist

$$R = k\,(a\,b) = \frac{a\,b}{a+b} \cdot \frac{0,693}{t_{1/2}}$$

Declassified in Part - Sanitized Copy Approved for Release @ 50-Yr 2013/09/12 : CIA-RDP81-01043R002300240007-9

Declassified in Part - Sanitized Copy Approved for Release @ 50-Yr 2013/09/12 : CIA-RDP81-01043R002300240007-9

$$k = \frac{0{,}693}{(a+b)\ t_{1/2}}$$

$$\text{bzw. } t_{1/2} = \frac{0{,}693}{k\ (a+b)} \ .$$

k ist eine Konstante und ist im Falle einer bimolekularen Reaktion konzentrationsunabhängig.

Für heterogene Austauschreaktionen ist das Exponentialgesetz nicht ohne weiteres anzuwenden, da der Austausch von verschiedenen weiteren Faktoren wie Rekristallisation, Selbstdiffusion usw. abhängt. (Näheres ist aus der Spezialliteratur zu entnehmen.)

5. Arbeitsanleitung:

5.1. Bestimmung des Jodaustausches zwischen C_2H_5J und NaJ (homogen)

Zu einer konzentrierten Lösung von 12 g Natriumjodid wird trägerfreies NaJ^{131} (etwa $2 \cdot 10^5$ Imp./min) gegeben. Man mischt gut durch und stellt durch restloses Eindampfen dieser Lösung markiertes NaJ in wasserfreier Form her. 60 g frisch destilliertes Äthyljodid werden zusammen mit 8 g des Natriumjodids in 200 ml absolutem Alkohol gelöst. 25 ml dieser Lösung gibt man in einen Jenaer-Glas-Kolben und kocht 30 min am Rückfluss. Unter diesen Bedingungen wird restloser Austausch der Jodatome erreicht. (Aus dieser Austauschreaktion wird x_∞ ermittelt!!) Den Rest der Lösung teilt man in zwei gleichgrosse Flüssigkeitsmengen. Einen Teil lässt man bei Zimmertemperatur stehen, während der andere in einem Thermostaten auf 40° C erwärmt wird. In Abständen von je 15 min werden beiden Lösungen je 10 ml entnommen. Jede dieser Proben (10 ml) soll dann in einem Scheidetrichter mit 100 ml dest. Wasser gut durchgeschüttelt und das Äthyljodid (untere Schicht) abgetrennt werden. Mit 96 %igem Alkohol wird das abgetrennte C_2H_5J gelöst (Gesamtvolumen 15 ml) und in einem Flüssigkeitszählrohr zur Messung gebracht. Die Austauschreaktionen sollen auf diese Weise 2 Stunden (8 Proben je Lösung) lang verfolgt werden.

Der am Rückfluss behandelten (25 ml) Probe werden nach dem Erkalten ebenfalls 10 ml entnommen. Sie werden wie oben behandelt und zur Messung gebracht. (Zählrate für x_∞.)

Nachdem die Zählraten der einzelnen Proben ermittelt sind, rechnet man $\left[1 - \frac{x}{x_\infty}\right]$ aus und trägt die Werte auf halblogarithmischem Papier (1 Potenz) gegen die Zeit t (min) auf. Die Konzentrationen x und x_∞ können durch die Zählraten ersetzt werden. (Die Zählraten sind den J^{131}-Konzentrationen proportional.)

Aus den erhaltenen Geraden wird $t_{1/2}$ graphisch ermittelt; die Werte für k werden berechnet nach:

$$k = \frac{0{,}693}{(a+b)\ t_{1/2}} \ .$$

In welcher Weise ist k temperaturabhängig?

Bei einer bimolekularen Reaktion is k konzentrationsunabhängig. Man prüfe, ob der Austausch nach

$$C_2H_5J + NaJ^* \rightleftharpoons C_2H_5J^* + NaJ$$

bimolekular verläuft. Hierzu führe man eine weitere Versuchsreihe mit anderen NaJ- und C_2H_5J-Konzentrationen bei 40° C durch.

Es werden 4 g NaJ und 40 g C_2H_5J in 100 ml abs. Alkohol gelöst und, nachdem 25 ml zur Behandlung am Rückfluss entnommen sind, der Austauschvorgang bei 40° C genau wie oben (Probenentnahme in Abständen von 15 min) über 2 Stunden verfolgt. x_∞ wird hier ebenfalls aus der 30 min gekochten Lösung bestimmt. Nachdem $t_{1/2}$ graphisch ermittelt ist, sollten sich dieselben k-Werte wie oben (40° C Lösung) errechnen lassen! (Infolge des nicht ganz idealen Verhal-

Declassified in Part - Sanitized Copy Approved for Release @ 50-Yr 2013/09/12 : CIA-RDP81-01043R002300240007-9

Declassified in Part - Sanitized Copy Approved for Release @ 50-Yr 2013/09/12 : CIA-RDP81-01043R002300240007-9

tens der Lösungen schwankt k etwas!!) Der Nullwert des Flüssigkeitszählrohres ist nach jeder Messung zu prüfen!! Die wässrigen sowie organischen Rückstände sind getrennt zu sammeln!

5.2. Austausch zwischen PO_4^{-3}- und $P_2O_7^{-4}$-Ionen in Abhängigkeit vom p_H-Wert (homogen)

In drei Bechergläser (100 ml) werden je 20 ml Ortho-, 10 ml Pyro- und 1 ml aktive Orthophosphorsäurelösung gegeben. Man stellt nun die einzelnen Lösungen auf verschiedene p_H-Werte (1. Lösung p_H 3; 2. Lösung p_H 5; 3. Lösung p_H 12) ein. Die Lösungen werden erwärmt und 30 min lang bei 100° C gehalten. Nach dem Erkalten gibt man zu jeder Probe 5 ml der Essigsäure + Natriumacetat-Pufferlösung und fällt die Pyrophosphorsäure durch tropfenweise Zugabe einer Kadmiumnitratlösung als schwerlösliches Cd-Salz aus. Es wird filtriert und die Orthophosphorsäure mit $CaCl_2$-Lösung und verdünntem Ammoniak ausgefällt. Die Niederschläge werden mit dest. Wasser gewaschen, getrocknet, mit Prenaband auf V2A-Schieber geklebt und die Zählraten ermittelt.

5.3. Austausch zwischen Co^+-Ionen und komplex gebundenem Kobalt (homogen)

1 ml Kobalthexamintrichlorid-Lösung und 1 ml einer radioaktiv markierten $CoCl_2$-Lösung lässt man in einem Becherglas 2 Stunden bei Zimmertemp. stehen. Durch tropfenweise Zugabe einer $Tl(NO_3)_3$-Lösung wird das $\left[Co(NH_3)_6\right]Cl_3$ als $\left[Co(NH_3)_6\right]TlCl_6$ ausgefällt. Man filtriert, wäscht mit verd. HCl und bringt den Niederschlag zur Messung. Zum Vergleich wird 1 ml der $CoCl_2$-Lösung in einem Al-Meßschälchen eingedampft und der Rückstand gemessen. (100 % der Aktivität.) Wieviel % des Kobalts haben in dieser Zeit ausgetauscht?

Rückstände sammeln!!

5.4. Jodaustausch zwischen festem AgJ und Jodionen einer Lösung (heterogen)

1 g NaJ (bzw. KJ) wird in 50 ml dest. Wasser gelöst. Man säuert mit verd. HNO_3 an und fällt das Jod durch tropfenweise Zugabe von verd. $AgNO_3$-Lösung als AgJ aus. (Ein Ag-Ionen-Überschuss ist möglichst zu vermeiden.) Der Niederschlag wird abfiltriert, mit verd. HNO_3 und dest. Wasser gewaschen. Je 1/3 des AgJ bringt man neben 9 ml Wasser und 1 ml aktiver NaJ-Lösung in je ein 100 ml Becherglas. Mit Glasstäben wird gut gerührt, so dass das Silberjodid in fein verteilter Form vorliegt. Während eines der drei Bechergläser etwa 1 Stunde bei Zimmertemperatur stehen bleibt, werden die beiden anderen Lösungen zum Sieden erhitzt. Nach 15 bzw. 30 min Siedezeit trennt man durch Filtrieren die AgJ-Anteile ab. Es wird mit HNO_3-haltigem Wasser gewaschen. Die Niederschläge werden unter einem Glokkenzählrohr gemessen. Die Filtrate säuert man mit verd. HNO_3 an und fällt das J^- mit $AgNO_3$-Lösung aus. Die Niederschläge werden wie oben filtriert, gewaschen, auf V2A-Schieber geklebt und zur Messung gebracht.

Man gebe den Jodaustausch in % bezogen auf eine bestimmte Zeit und Temperatur an.

5.5. Jodaustausch zwischen CuJ und J^--Ionen (heterogen)

In zwei Bechergläser werden je 0,5 g CuJ, 1 ml einer radioaktiv markierten NaJ-Lösung und 9 ml Wasser gegeben. Ein Becherglas lässt man bei Zimmertemperatur stehen, während das andere auf Siedetemperatur (100° C) zu bringen ist. Nach 30 min Austauschzeit wird filtriert, gewaschen und getrocknet. Man klebt die CuJ-Proben auf V2A-Schieber und ermittelt die Zählraten. Aus den Filtraten fällt man das Jod als AgJ aus, filtriert, trocknet und bestimmt die Zählraten wie oben.

Die Austauschgeschwindigkeit ist bei Raum- und Siedetemperatur anzugeben.

Declassified in Part - Sanitized Copy Approved for Release @ 50-Yr 2013/09/12 : CIA-RDP81-01043R002300240007-9

Declassified in Part - Sanitized Copy Approved for Release @ 50-Yr 2013/09/12 : CIA-RDP81-01043R002300240007-9

Versuche C-X: Zur Zeit in Vorbereitung befindliche Versuche

(Siehe Bemerkung zu P-X)

a) Abtrennung von Radioelementen durch Destillation

b) Radiopapierchromatographie

c) Reaktionskinetik

Literaturverzeichnis

1. V. Kment und A. Kuhn, Das GEIGER-MÜLLER-Zählrohr, Leipzig 1953
2. E. Fünfer und H. Neuert, Zählrohre und Szintillationszähler, Karlsruhe 1954
3. W. Riezler, Einführung in die Kernphysik, 5. Aufl., München 1953
4. B. Baule, Die Mathematik des Naturforschers und Ingenieurs, Bd. II, Leipzig 1948
5. O. Riedel, Nucleonics 12, 64, 1954
6. W. Herrmann und R. Renker, z. Zt. i. Druck
7. C. F. Weiss, Radioaktive Standardpräparate, Berlin 1956
8. H. Schwiegk, Künstliche radioaktive Isotope in Physiologie, Diagnostik und Therapie, Göttingen 1952
9. B. Rajewsky, Strahlendosis und Strahlenwirkung, Stuttgart 1956
10. J. Effert und H. Gajewski, Einführung in die technische Röntgenphotographie, Leipzig 1945
11. W. Winter, Radiumdosimetrie, Wien 1941
12. J. M. A. Lenihan, Atomic Energy, London 1953
13. E. Bleuler and G. J. Goldsmith, Experimental Nucleonics, New York 1952
14. K. E. Zimen, Angewandte Radioaktivität, Göttingen 1952
15. E. Broda und Th. Schönfeld, Die technischen Anwendungen der Radioaktivität, Berlin/München 1956
16. F. Wachsmann, Die radioaktiven Isotope, München 1954
17. B. P. Burtt, Nucleonics 5, 28, 1949
18. J. L. Putman, Brit. J. Radiology 23, 46, 1950
19. H. H. Seliger and A. Schwebel, Nucleonics 12, 54, 1954
20. H. Maier-Leibnitz, Physik. Z. 43, 333, 1942

Declassified in Part - Sanitized Copy Approved for Release @ 50-Yr 2013/09/12 : CIA-RDP81-01043R002300240007-9

Declassified in Part - Sanitized Copy Approved for Release @ 50-Yr 2013/09/12 : CIA-RDP81-01043R002300240007-9

21. F. G. Houtermans, L. Meyer-Schützmeister und D. H. Vincent, Z. Physik 134, 1, 1952

22. M. Leistner, Z. Physik 141, 463, 1955

23. F. Hecht und M. K. Zacherl, Handbuch der Mikrochemischen Methoden, Bd. II, Wien 1955

24. W. Hanle, Der Szintillationszähler, Naturwiss. 38, 176, 1951

25. I. B. Birks, Scintillation Counters, London 1954

26. S. C. Curran, Luminescence and the Scintillation Counters, London 1953

27. W. Y. Chang and S. Rosenblum, Phys. Rev. 67, 222, 1945

28. S. C. Curran and I. D. Craggs, Counting Tubes, London 1949

29. F. Kohlrausch, Praktische Physik, Bd. II, Leipzig 1955

30. G. Hertz, Grundlagen und Arbeitsmethoden der Kernphysik, Berlin 1957

31. J. W. Hensley, J. of the Am. Cer. Soc. 34, 188, 1951

32. B. A. Rubin, Science 110, 425, 1949

33. K. Horvitz, Z. Physik 15, 371, 1923

34. K. Horvitz und F. Paneth, S. B. Wien Akad. Wiss. 123, 1819, 1914

35. J. W. Hensley u. a. Ind. Eng. Chem. 1949, S. 1415

36. T. Ishimori, Bull. of the Chem. Soc. of Japan, Heft 6, 336, 1953

37. G. Spacu und A. Pope, Z. Anal. Chem. 120, 322, 1940

38. Y. Murakami, Bull. of the Chem. Soc. of Japan 22, 206, 1949

39. H. Mouren, P. Chovin und R. Dantel, Chem. Abstr. 40, 1752, 1946 Compt. rend. 219, 127, 1944

40. M. B. Neimann, W. B. Miller und Fedossojewa, Daklady Akad. Nauk SSSR 75, 719, 1950

41. F. Paneth und S. B. Hevesy, Wien Akad. Wiss. 122, 1001, 1913

42. O. Erbacher und B. Nikitin, Z. phys. Chem. 48, 409, 1935

43. B. N. Cacciapuoti und F. Perla, Atti accad. Lincei (Rend.) Classe sci. fis. mat. nat. 28, 385, 1938

44. R. Ruka and J. E. Willard, J. Phys. Coll. Chem. 53, 351, 1949

45. M. Ishibashi, J. Chem. Soc, of Japan 55, 1070, 1934

46. K. Scheel, Angew. Chem. 66, 102, 1954

47. O. Gubelin und K. Stammbach, Helv. Chim. Acta 34, 1245, 1951

48. T. Schönfeld und E. Broda, Atompraxis Heft 3, 17, 1957

49. Cook and Duncan, Modern Radiochemical Practice, Oxford 1952

50. M. Calvin, C. Heidelberger, J. Reid, B. Tolbert and P. Yankwich, Isotopic Carbon, New York 1949

51. A. Grosse, Ber. 61, 233, 1928
" " Nature 120, 621, 1927
" " Naturwiss. 15, 766, 1927

52. R. Thompson, MDDC - 1770 (Abstracts of Reclamified Documents 2, Nr. 6, 1948 Abstracts, Chicago meeting A. C. S. April, 1948

53. H. Remy, Lehrbuch der anorganischen Chemie, Bd. II, Leipzig 1950

54. D. Dyrssen, Svensk. Kem. Tidskr. 62, 153, 1950

55. W. Crookes, Proc. Roy. Soc. London 66, 409, 1900

56. T. Goldlewski, Phil. Mag. 10, 45, 1905

57. T. Vestermark, Svensk. Kem. Tidskr. 62, 1950

58. E. Glückauf, H. Mc Key and A. R. Mathieson, Trans. Faraday Soc. 47, 437, 1951

59. A. C. Wahl and N. A. Bonner, Radioactivity Applied to Chemistry, New York 1951

60. NNES Radiochemical Studies, Fission Products Bd. 1 - 3

61. E. u. M. Lederer, Chromatography, Amsterdamm 1957

Declassified in Part - Sanitized Copy Approved for Release @ 50-Yr 2013/09/12 : CIA-RDP81-01043R002300240007-9

Declassified in Part - Sanitized Copy Approved for Release @ 50-Yr 2013/09/12 : CIA-RDP81-01043R002300240007-9

62. O. Samuelson, Ion-Exchangers in Analytical Chemistry New York 1953
J. Am. Chem. Soc. 69, 2769, 1947

63. Griessbach, Chem. Ing. Techn. 1955, S. 569

64. R. Kunin, Ind. Eng. Chem. 1951, S. 102

65. Meinke, Analyt. Chemistry 25, 778, 1953

66. H. Götte, Microchemica Acta 1, 27, 1956

67. W. Herr, Angew. Chem. 64, 679, 1952

68. Szilard and Chalmers, Nature 134, 462, 1934

69. Edwards and Davies, Nucleonics 2, 44, 1948

70. H. Süss, Z. phys. Chem. B 45, 297 u. 312, 1940

71. W. F. Libby, Am. Chem. Soc. 62, 1930, 1940
" " " " " " 69, 2523, 1947

72. G. Friedlander and J. W. Kennedy, Introduction to Radiochemistry, New York 1949

73. J. E. Willard, J. Am. Chem. Soc. 62, 256, 1940
" " " " " " " 62, 3161, 1940

74. Hanwill, J. Chem. Phys. 17, 215, 1949

75. E. Cooper, Phys. Rev. 61, 1, 1942

76. E. Segré, R. Halford and G. Seaborg, Phys. Rev. 55 321, 1939

77. M. I. Korsunski, Isomerie der Atomkerne, Berlin 1957

78. E. Kamen and Reiner, Arch. Biochemistry 12, 273, 1947

79. E. Kamen, Radioactive Tracers in Biology, New York 1951

80. G. Hevesy und R. Hobbie, Z. analyt. Chemie 88, 1, 1932

81. Beyond and Fischer, Analyt. Chim. Acta 8, 538, 1953

82. A. J. Freeman and D. N. Helme, Analyt. Chemistry 22, 932, 1950

83. Houben-Weyl, Methoden der org. Chemie Bd. 3/1, 784, Stuttgart 1955

84. L. Imre, Z. phys. Chem. A 153, 127 und 262, 1931

85. K. Fajans und T. Erdey-Gruz, Z. phys. Chem. A 158, 97, 1932

86. O. Hahn und L. Imre, Z. phys. Chem. A 144, 161, 1929
" " Ang. Chem. 43, 871, 1930
" " O. Erbacher und N. Feichtinger, Ber. 59, 2014, 1926

87. A. Lottermoser, J. prakt. Chem. 72, 39, 1905

88. H. Mc Kay, J. Am. Chem. Soc. 65, 702, 1943

89. R. Duffield and M. Calvin, J. Am. Chem. Soc. 68, 557, 1946

90. R. Betts, Can. J. Research. 26 B, 702, 1948

91. J. Wilson and R. Dickinson, J. Am Chem. Soc. 59, 1358, 1937

92. D. Hull, C. Shiflett and S. Lind, J. Am. Soc. 58, 1822, 1936

93. E. Gleditsch und E. Rona, Arch. Math. Naturvidenskab 44, 53, 1941

94. A. Polessitsky, Comp. rend. acad. sci. URSS 24, 540, 1939 und 28, 441, 1940

95. D. Hull, J. Am. Chem. Soc. 63, 1269, 1941

Declassified in Part - Sanitized Copy Approved for Release @ 50-Yr 2013/09/12 : CIA-RDP81-01043R002300240007-9

Declassified in Part - Sanitized Copy Approved for Release @ 50-Yr 2013/09/12 : CIA-RDP81-01043R002300240007-9

Anhang

Tabelle 1: Muster einer Messtabelle+)

64-fach-Untersetzer; U_A = 1234 V; z_o = 180 Imp./min

Nr.	t (min)	ZW A	ZW E	Diff.	US	m	z_p
1							
2							
3	2	410	441	31	54	2038	1019
4	2	442	475	33	26	2138	1069
.							
.							
.							
.							
.							

+) Die Messtabelle ist je nach Aufgabenstellung zu erweitern bzw. abzuändern; der Nullwert z_o ist während einer Messreihe mehrfach zu kontrollieren.

Erläuterungen:

ZW = Zählwerkablesung
(A am Anfang und E am Ende einer Messung)

Diff. = Differenz der ZW-Ablesungen

US = Einzelimpulse, die im Untersetzer stecken

m = Impulszahl = (Diff. x 64) + US

Tabelle 2: Rechentafel für 64-fach-Untersetzer

64	0	100	200	300	400	500	600	700	800	900	
0	0	64	128	192	256	320	384	448	512	576	00
1	0	64	128	192	256	320	384	448	512	576	64
2	1	65	129	193	257	321	385	449	513	577	28
3	1	65	129	193	257	321	385	449	513	577	92
4	2	66	130	194	258	322	386	450	514	578	56
5	3	67	131	195	259	323	387	451	515	579	20
6	3	67	131	195	259	323	387	451	515	579	84
7	4	68	132	196	260	324	388	452	516	580	48
8	5	69	133	197	261	325	389	453	517	581	12
9	5	69	133	197	261	325	389	453	517	581	76
10	6	70	134	198	262	326	390	454	518	582	40
11	7	71	135	199	263	327	391	455	519	583	04
12	7	71	135	199	263	327	391	455	519	583	68
13	8	72	136	200	264	328	392	456	520	584	32
14	8	72	136	200	264	328	392	456	520	584	96
15	9	73	137	201	265	329	393	457	521	585	60
16	10	74	138	202	266	330	394	458	522	586	24
17	10	74	138	202	266	330	394	458	522	586	88
18	11	75	139	203	267	331	395	459	523	587	52
19	12	76	140	204	268	332	396	460	524	588	16
20	12	76	140	204	268	332	396	460	524	588	80
21	13	77	141	205	269	333	397	461	525	589	44
22	14	78	142	206	270	334	398	462	526	590	08
23	14	78	142	206	270	334	398	462	526	590	72
24	15	79	143	207	271	335	399	463	527	591	36
25	16	80	144	208	272	336	400	464	528	592	00
26	16	80	144	208	272	336	400	464	528	592	64
27	17	81	145	209	273	337	401	465	529	593	28
28	17	81	145	209	273	337	401	465	529	593	92
29	18	82	146	210	274	338	402	466	530	594	56
30	19	83	147	211	275	339	403	467	531	595	20
31	19	83	147	211	275	339	403	467	531	595	83
32	20	84	148	212	276	340	404	468	532	596	48
33	21	85	149	213	277	341	405	469	533	597	12
34	21	85	149	213	277	341	405	469	533	597	76
35	22	86	150	214	278	342	406	470	534	598	40
36	23	87	151	215	279	343	407	471	535	599	04
37	23	87	151	215	279	343	407	471	535	599	68
38	24	88	152	216	280	344	408	472	536	600	32
39	24	88	152	216	280	344	408	472	536	600	96
40	25	89	153	217	281	345	409	473	537	601	60
41	26	90	154	218	282	346	410	474	538	602	24
42	26	90	154	218	282	346	410	474	538	602	88
43	27	91	155	219	283	347	411	475	539	603	52
44	28	92	156	220	284	348	412	476	540	604	16
45	28	92	156	220	284	348	412	476	540	604	80
46	29	93	157	221	285	349	413	477	541	605	44
47	30	94	158	222	286	350	414	478	542	606	08
48	30	94	158	222	286	350	414	478	542	606	72
49	31	95	159	223	287	351	415	479	543	607	36

Declassified in Part - Sanitized Copy Approved for Release @ 50-Yr 2013/09/12 : CIA-RDP81-01043R002300240007-9

Declassified in Part - Sanitized Copy Approved for Release @ 50-Yr 2013/09/12 : CIA-RDP81-01043R002300240007-9

50	32	96	160	224	388	352	416	480	544	608	00
51	32•	96•	160•	224•	388•	352•	416•	480•	544•	608•	64
52	33	97	161	225	289	353	417	481	545	609	28
53	33•	97•	161•	225•	289•	353•	417•	481•	545•	609•	92
54	34•	98•	162•	226•	290•	354•	418•	482•	546•	610•	56
55	35	99	163	227	291	355	419	483	547	611	20
56	35•	99•	163•	227•	291•	355•	419•	483•	547•	611•	84
57	36	100	164	228	292	356	420	484	548	612	48
58	37	101	165	229	293	357	421	485	549	613	12
59	37•	101•	165•	229•	293•	357•	421•	485•	549•	613•	76
60	38	102	166	230	294	358	422	486	550	614	40
61	39	103	167	231	295	359	423	487	551	615	04
62	39•	103•	167•	231•	295•	359•	423•	487•	551•	615•	68
63	40	104	168	232	296	360	424	488	552	616	32
64	40•	104•	168•	232•	296•	360•	424•	488•	552•	616•	96
65	41•	105•	169•	233•	297•	361•	425•	489•	553•	617•	60
66	42	106	170	234	298	362	426	490	554	618	24
67	42•	106•	170•	234•	298•	362•	426•	490•	554•	618•	88
68	43•	107•	171•	235•	299•	363•	427•	491•	555•	619•	52
69	44	108	172	236	300	364	428	492	556	620	16
70	44•	108•	172•	236•	300•	364•	428•	492•	556•	620•	80
71	45	109	173	237	301	365	429	493	557	621	44
72	46	110	174	238	302	366	430	494	558	622	08
73	46•	110•	174•	238•	302•	366•	430•	494•	558•	622•	72
74	47	111	175	239	303	367	431	495	559	623	36
75	48	112	176	240	304	368	432	496	560	624	00
76	48•	112•	176•	240•	304•	368•	432•	496•	560•	624•	64
77	49	113	177	241	305	369	433	497	561	625	28
78	49•	113•	177•	241•	305•	369•	433•	497•	561•	625•	92
79	50•	114•	178•	242•	306•	370•	434•	498•	562•	626•	56
80	51	115	179	243	307	371	435	499	563	627	20
81	51•	115•	179•	243•	307•	371•	435•	499•	563•	627•	84
82	52	116	180	244	308	372	436	500	564	628	48
83	53	117	181	245	309	373	437	501	565	629	12
84	53•	117•	181•	245•	309•	373•	437•	501•	565•	629•	76
85	54	118	182	246	310	374	438	502	566	630	40
86	55	119	183	247	311	375	439	503	567	631	04
87	55•	119•	183•	247•	311•	375•	439•	503•	567•	631•	68
88	56	120	184	248	312	376	440	504	568	632	32
89	56•	120•	184•	248•	312•	376•	440•	504•	568•	632•	96
90	57•	121•	185•	249•	313•	377•	441•	505•	569•	633•	60
91	58	122	186	250	314	378	442	506	570	634	24
92	58•	122•	186•	250•	314•	378•	442•	506•	570•	634•	88
93	59•	123•	187•	251•	315•	379•	443•	507•	571•	635•	52
94	60	124	188	252	316	380	444	508	572	636	16
95	60•	124•	188•	252•	316•	380•	444•	508•	572•	636•	80
96	61	125	189	253	317	381	445	509	573	637	44
97	62	126	190	254	318	382	446	510	574	638	08
98	62•	126•	190•	254•	318•	382•	446•	510•	574•	638•	72
99	63	127	191	255	319	383	447	511	575	639	36
100	64	128	192	256	320	384	448	512	576	640	00
64	0	100	200	300	400	500	600	700	800	900	

Tabelle 3. Abschirmdicken in cm für eine spezifische Dosisleistung von 50 mr pro Tag bei γ-Strahlung (1 γ-Quant pro Zerfallsakt.)

(Nach GAMERTSFELDER, umgerechnet v. L.MEYER-SCHÜTZMEISTER.+)

	γ-Energie in MeV						
	0,5	0,8	1,0	1,5	2	2,5	3,0
a) Aktivität	Erforderliche Bleidicke in cm bei 1 m Luftabstand						
10 mC	- 0,44	- 0,33	- 0,14	+ 0,33	+ 0,76	+ 1,06	+ 1,36
20 mC	- 0,02	+ 0,37	+ 0,77	+ 1,44	+ 2,12	+ 2,50	+ 2,83
50 mC	+ 0,50	+ 1,28	+ 1,95	+ 2,97	+ 3,92	+ 4,41	+ 4,79
100 mC	+ 0,91	+ 1,97	+ 2,85	+ 4,11	+ 5,27	+ 5,84	+ 6,26
200 mC	+ 1,33	+ 2,67	+ 3,76	+ 5,22	+ 6,63	+ 7,28	+ 7,73
500 mC	+ 1,86	+ 3,57	+ 4,94	+ 6,75	+ 8,43	+ 9,19	+ 9,69
1 C	+ 2,27	+ 4,27	+ 5,84	+ 7,87	+ 9,78	+10,63	+11,16
2 C	+ 2,69	+ 4,97	+ 6,75	+ 8,98	+11,14	+12,07	+12,63
5 C	+ 3,22	+ 5,87	+ 7,94	+10,52	+12,94	+13,98	+14,59
10 C	+ 3,63	+ 6,57	+ 8,84	+11,67	+14,31	+15,43	+16,08
	+	+	+	+	+	+	+
b) Abstand							
20 cm	+ 1,90	+ 3,22	+ 4,19	+ 5,28	+ 6,31	+ 6,70	+ 6,86
50 cm	+ 0,83	+ 1,39	+ 1,83	+ 2,32	+ 2,76	+ 2,93	+ 3,00
1 m	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00
2 m	- 0,83	- 1,39	- 1,83	- 2,32	- 2,76	- 2,93	- 3,00
5 m	- 1,90	- 3,22	- 4,19	- 5,28	- 6,31	- 6,70	- 6,86
10 m	- 2,71	- 4,60	- 5,98	- 7,55	- 9,02	- 9,57	- 9,80
	+	+	+	+	+	+	+
c) Tägliche Arbeitszeit							
1 Std.	- 1,22	- 2,08	- 2,69	- 3,40	- 4,06	- 4,31	- 4,41
2 Std.	- 0,81	- 1,37	- 1,79	- 2,26	- 2,70	- 2,87	- 2,94
4 Std.	- 0,41	- 0,69	- 0,90	- 1,14	- 1,35	- 1,44	- 1,47
8 Std.	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00
24 Std.	+ 0,65	+ 1,10	+ 1,43	+ 1,81	+ 2,15	+ 2,29	+ 2,34
	mal	mal	mal	mal	mal	mal	mal
d) Absorbermaterial							
Pb	1,00	1,00	1,00	1,00	1,00	1,00	1,00
Fe	2,68	2,11	1,75	1,51	1,53	1,53	1,53
Al[1]	7,71	5,43	5,13	4,70	4,25	4,81	5,22
H_2O	17,80	12,50	11,15	9,93	10,00	11,20	12,35

[1] oder Beton

+ Werte für 0,2 und 6,0 MeV fehlen hier.

Die Tabelle gilt streng nur für grossflächige Schutzwände bei engem Strahlenbündel.

Declassified in Part - Sanitized Copy Approved for Release @ 50-Yr 2013/09/12 : CIA-RDP81-01043R002300240007-9

Declassified in Part - Sanitized Copy Approved for Release @ 50-Yr 2013/09/12 : CIA-RDP81-01043R002300240007-9

Im **DEUTSCHEN VERLAG DER WISSENSCHAFTEN**

sind bisher auf kernphysikalischem Gebiet folgende Titel erschienen:

ARDENNE, M. v.

Tabellen der Elektronenphysik, Ionenphysik und Übermikroskopie

Band I: Hauptgebiete
XVI/614 S., mit vielen Abb., Lex 8°, Ln. . . . . DM 74,—

Band II: Randgebiete und Hilfsgebiete
XII/617—1368 S., mit vielen Abb., Lex 8°, Ln. . . . DM 92,—

Das Buch bringt mit kurzem Kommentar die wichtigsten Formeln, Elementarvorträge, Methoden, Anordnungen, Ergebnisse, technisch-physikalischen Daten und Stoffeigenschaften in Tabellenform.

ARDENNE, M. v

Tabellen zur angewandten Kernphysik

VIII/139 S., mit vielen Abb., Lex 8°, Ln. . . . . DM 24,80

Die Zusammenstellung beschränkt sich auf einige Schwerpunkte, wie Indikatorenmethoden mit radioaktiven Isotopen (Leitisotopen) und der zugeordneten Meßtechnik, Indikatorenmethode mit stabilen Isotopen und Reaktortechnik.

KORSUNSKI, M. I

Isomerie der Atomkerne

VIII/347 S., 134 Abb., 34 Tabellen, Gr. 8°, Ln. . . . . DM 33,60

Aus dem Inhalt: Die Kern-Isomerie des Broms — Methoden zum Nachweis der Isomerie und ihrer Indentifizierung — Über die Lebensdauer des metastabilen Zustandes — Die Bestimmung der Ordnung der Multipolität eines isomeren Überganges — Die Anregung metastabiler Zustände Isomerie und Schalenmodell.

SCHPOLSKI, E. W.

Atomphysik

Teil I: XI/444 S., 226 Abb., Gr. 8°, Ln. . . . . DM 19,—

Teil II: XI/638 S., 474 Abb., Gr. 8°, Ln. . . . . DM 42,40

Der erste Band enthält die experimentellen Grundlagen der Atomtheorie und der Quantenphysik und endet mit der Betrachtung der Welleneigenschaften der Materie.

Im zweiten Band wird eine systematische Darlegung der Grundlagen der Quantenmechanik bei dem Aufbau der Elektronenhüllen des Atoms gegeben. Ungefähr die Hälfte dieses Bandes ist den Atomkernen und den Betrachtungen über kosmische Strahlen gewidmet.

WEISS, C. F.

Radioaktive Standardpräparate 3. Auflage

Eigenschaften, Herstellung und Aktivitätsbestimmung
232 S., 63 Abb., Gr. 8°, Ln. . . . . DM 18,60

Diese Monographie gibt eine umfassende Anleitung für die praktische Arbeit mit radioaktiven Standardsubstanzen. Die verschiedenen radio-chemischen Herstellungsmethoden der einzelnen aktiven Isotope werden ausführlich besprochen.

Declassified in Part - Sanitized Copy Approved for Release @ 50-Yr 2013/09/12 : CIA-RDP81-01043R002300240007-9